

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005年10月6日 (06.10.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/092608 A1

(51) 国際特許分類⁷: B32B 9/00, B23B 27/14,
51/00, B23C 5/16, C23C 16/32, 28/04

6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 Kyoto
(JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2005/005966

(72) 発明者; および

(22) 国際出願日: 2005年3月29日 (29.03.2005)

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 谷渕 栄仁
(TANIBUCHI, Takahito) [JP/JP]; 〒8950211 鹿児島県
薩摩川内市高城町 1810 番地 京セラ株式会社鹿
児島川内工場内 Kagoshima (JP). 石井 博規 (ISHII,
Hiroki) [JP/JP]; 〒8950211 鹿児島県薩摩川内市高城
町 1810 番地 京セラ株式会社鹿児島川内工場内
Kagoshima (JP).

(25) 国際出願の言語: 日本語

(74) 代理人: 深井 敏和 (FUKAI, Toshikazu); 〒5400036 大
阪府大阪市中央区船越町 1 丁目 3 番 4 号ツリーモン
ト宝永ビル Osaka (JP).

(26) 国際公開の言語: 日本語

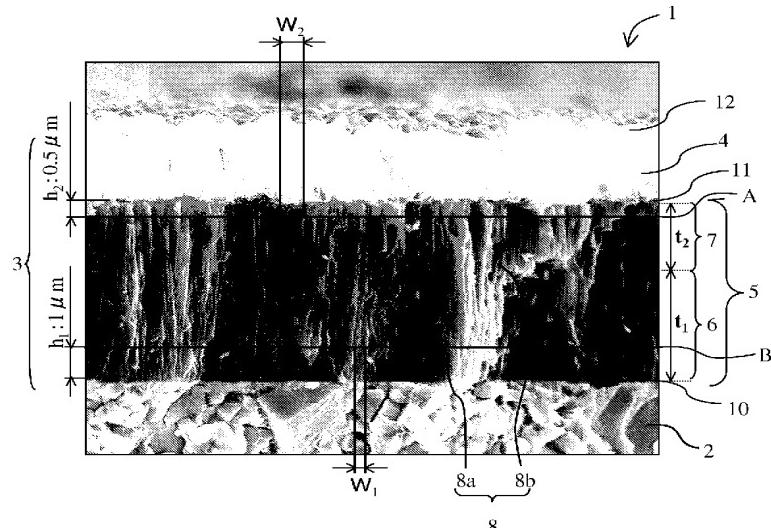
(30) 優先権データ:
特願2004-096812 2004年3月29日 (29.03.2004) JP
特願2004-138863 2004年5月7日 (07.05.2004) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 京セ
ラ株式会社 (KYOCERA CORPORATION) [JP/JP]; 〒

/続葉有/

(54) Title: SURFACE COATING MEMBER AND CUTTING TOOL

(54) 発明の名称: 表面被覆部材および切削工具



8

(57) Abstract: A surface coating member comprising a base body, a hard coating layer formed on the surface of the base body, the hard coating layer comprising a lower layer consisting of at least one layer, and an upper layer formed on the surface of the lower layer and consisting of at least one layer, wherein the ratio (F_U/F_L) is 1.1 - 30 where F_U is the peel road at which the upper layer starts to peel off the surface of the lower layer, and F_L is the peel road at which the lower layer starts to peel off the surface of the base body. Thus, there is obtained a surface coating member which is superior in toughness and high in chip resistance and applicable to long-life cutting tools or the like, even under severe cutting conditions with heavy shocks acting on a tool for cutting metals such as steel, particularly for continuously cutting cast iron. It is possible to increase wear resistance while maintaining the superior chip resistance.

(57) 要約: 基体と、この基体表面に形成された硬質被覆層とを具備し、前記硬質被覆層は、少なくとも一層からなる下部層と、この下部層表面に形成され、少なくとも一層からなる上部層とからなり、前記上部層

/続葉有/

WO 2005/092608 A1



- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE,

BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 國際調査報告書
- 請求の範囲の補正の期限前の公開であり、補正書受領の際には再公開される。

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

が前記下部層の表面から剥離し始める剥離荷重を F_U 、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を F_L としたとき、その比 (F_L/F_U) が 1.1 ~ 3.0 である表面被覆部材であり、これにより韌性に優れて、耐欠損性が高く、特に鋼等の金属の切削、中でも鑄鉄の断続切削等の工具切刃に強い衝撃がかかるような過酷な切削条件においても、優れた耐欠損性を有する長寿命の切削工具等に応用可能な表面被覆部材が得られ、優れた耐欠損性を維持しつつ、耐摩耗性を高めることができる。

明 細 書

表面被覆部材および切削工具

技術分野

[0001] 本発明は、優れた耐欠損性を有し、さらには優れた耐摩耗性をも有する被覆層を表面に被着形成した表面被覆部材、およびこの表面被覆部材を備えた切削工具に関し、特に大きな衝撃が切刃にかかるような切削に際しても、優れた切削特性を有する切削工具に関する。

背景技術

[0002] 従来より、基体の表面に被覆層を被着形成した表面被覆部材が各種用途に用いられている。例えば、金属の切削加工には、超硬合金やサーメット、セラミックス等の硬質基体の表面に、炭化チタン(TiC)層、窒化チタン(TiN)層、炭窒化チタン(TiCN)層、酸化アルミニウム(Al_2O_3)層等の被覆層を単層または複数層形成した切削工具が広く用いられている。

[0003] 一方、最近の切削加工の高能率化に従って、さらなる耐欠損性・耐摩耗性の向上が求められている。特に、金属の重断続切削等の大きな衝撃が切刃にかかるような切削が増えている。かかる過酷な切削条件においては、従来の切削工具では被覆層が大きな衝撃に耐えきれず、チッピングや被覆層の剥離が発生しやすい。このようなチッピングや被覆層の剥離が引き金となる切刃の欠損や異常摩耗の発生等の突発的な工具損傷により工具寿命を長くできないという問題があった。

[0004] そこで、上記被覆層の特性改善のために、特許文献1には、縦長成長結晶を有する炭窒化チタン層間を粒状の窒化チタン層で分割することにより、層間剥離を抑制して工具の耐欠損性を高めることができることが開示されている。

また、特許文献2には、 Al_2O_3 基セラミック基体の表面にCVD法にて酸化アルミニウム層を成膜し、スクラッチ試験において5.9Nの荷重で剥離が生じた(密着力600g)ことが記載されている。さらに、特許文献3には、工具鋼からなる基体の表面にイオンプレーティング法にて(Cr—Si—B)Nからなる被覆層を成膜し、被覆層のスクラッチ強度が100Nと高く、摺動部品、切削工具、金型等へ好適に応用可能であることが開

示されている。

[0005] 特許文献1:特開平8-1408号公報

特許文献2:特開平5-169302号公報

特許文献3:特開2002-212707号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、上記特許文献1に記載された被覆層の構成によっても、耐欠損性はまだ満足できるものではなく、特に、重断続切削等の突発的に大きな衝撃がかかるような切削等最近の過酷な切削条件においては、依然として切刃のチッピングによる異常摩耗や突発欠損等が発生し工具寿命が短くなっていた。さらに、この被覆層のチッピングや剥離を防止する目的で被覆層の膜厚を薄くすると、早期に被覆層が消滅して摩耗の進行が早くなり、工具寿命を長くすることができなかった。また、鋼等の切削においても、更なる耐欠損性および耐摩耗性の向上が求められていた。

[0007] また、特許文献2の被覆層の付着力では基体との密着性が不十分である、このため、衝撃がかかるような切削条件で使用すると、被覆層が早期に剥離して摩耗が急激に進行するものであった。さらに、特許文献3のような付着力の高い単層の被覆層を各種用途に応用すると、現実に使用する場合には突発的に大きな衝撃がかかって欠損しやすい。また、被覆層表面の酸化の問題や、部材が接触する被接觸物の材質との相性等を加味する必要がある。このため、特許文献3の被覆層をそのまま応用できず、他の被覆層を上の層としてさらに形成する必要が生じる。しかし、他の被覆層と、付着力の高い下の被覆層との界面で剥離する等の問題は依然として解消されていない。

[0008] 従って、本発明の主たる目的は、韌性に優れ、耐欠損性が高く、特に鋼等の金属の切削に適用するのに好適な表面被覆部材を提供することにある。

本発明の他の目的は、鋳鉄の断続切削等の工具切刃に強い衝撃がかかるような過酷な切削条件においても、優れた耐欠損性を有する長寿命の切削工具等に応用可能な表面被覆部材を提供することにある。

本発明のさらに他の目的は、優れた耐欠損性を有するとともに、耐摩耗性にも優れ

た長寿命の切削工具を提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0009] 本発明の一面(one aspect)は、基体表面に少なくとも2層の被覆層(下部層および上部層)を具備すると共に、被覆層間および被覆層と基体との間の付着力を適正化することにより、実用上必要な硬度を損なうことなく韌性、および耐欠損性が向上した表面被覆部材を提供することができるという新たな知見に基づいている。
- [0010] したがって、例えば、断続切削のように耐欠損性が求められる切削加工において、たとえ突発的に大きな衝撃が被覆層にかかったときでも、被覆層間がわずかに剥離したり、クラックを発生させたりすることによって衝撃を吸収して硬質被覆層間が広範囲にわたって剥離したり、被覆層全体がチッピングや欠損したり剥離したりすることを低減できる。
- [0011] すなわち、本発明の一面にかかる表面被覆部材は、基体と、この基体表面に形成された少なくとも一層の下部層と、この下部層表面に形成された少なくとも一層の上部層とを含む。そして、前記上部層が前記下部層の表面から剥離し始める剥離荷重を F_U 、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を F_L としたとき、その比(F_L / F_U)が1.1~30である。
- [0012] ここで、前記剥離荷重 F_U は10~75N、前記剥離荷重 F_L は80N以上であることが、部材の耐摩耗性を向上できる点で望ましい。
- また、凹凸形状から算術平均粗さ(Ra)の算出方法に準じて求められる前記上部層と前記下部層との界面における界面の粗さRは0.5~3.0μmであることが、前記上部層の下側が引抜かれる力を制御して前記上部層の付着力を容易に制御できる点で望ましい。
- [0013] さらに、前記上部層の膜厚が2.0~10.0μmであり、且つ前記下部層の膜厚が3.0~12.0μmであることが、前記各層の剥離荷重を制御することができて耐欠損性を高めることができる点で望ましい。また、上記膜厚に制御することによって耐摩耗性が高くなる。
- [0014] なお、前記上部層が少なくとも1層の酸化アルミニウム層を具備し、且つ前記下部層が少なくとも1層の炭窒化チタン層を具備する組み合わせが、実用性の高い耐摩

耗性と耐欠損性とを付与するうえで望ましい。

- [0015] また、前記炭窒化チタン層が、前記基体との表面に対して垂直な方向に成長した筋状炭窒化チタン結晶からなるとともに、該筋状炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層側の平均結晶幅が前記基体側の平均結晶幅より大きいことが望ましい。特に、前記基体側の平均結晶幅 w_1 が0.05~0.7 μmで、かつ、該基体側の平均結晶幅 w_1 と前記筋状炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層側の平均結晶幅 w_2 との比(w_1/w_2)が0.7以下であることが、酸化アルミニウム層と炭窒化チタン層との付着力、および基体と炭窒化チタン層との付着力をともに制御することができ、耐欠損性を高めることができる点で望ましい。
- [0016] さらに、前記炭窒化チタン層は少なくとも前記酸化アルミニウム層側に形成された炭窒化チタン上層と前記基体側に形成された炭窒化チタン下層とからなり、且つ炭窒化チタン上層の平均結晶幅が炭窒化チタン下層の平均結晶幅より大きいことが、酸化アルミニウム層側に発生したクラックの伸展を有効に止めることができて耐欠損性がさらに高まる点で望ましい。なお、この場合、部材の耐摩耗性と耐欠損性との最適化の点で、前記炭窒化チタン下層の膜厚 t_1 が1.0~10.0 μm、前記炭窒化チタン上層の膜厚 t_2 が1.0~5.0 μmであり、且つ $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たすのがよい。
- [0017] また、前記炭窒化チタン層下層を表面から見たとき、該炭窒化チタン下層が針状をなす炭窒化チタン粒子の集合体からなるとともに、該針状をなす炭窒化チタン粒子が前記炭窒化チタン下層の表面においてランダムな方向にそれぞれ伸びているのがよい。これにより、クラックが真っ直ぐ伸展せずジグザグに伸展する、いわゆるクラックの偏向効果が高くなり、クラックが一気に伸展することを防止できて耐欠損性が向上する。
- [0018] ここで、前記針状をなす炭窒化チタン粒子は、前記炭窒化チタン下層の表面方向から観察した場合の平均アスペクト比が2以上であることが、被覆層中に発生したクラックを偏向させてクラックの伸展を抑制する効果が高く、被覆層の破壊靭性を向上させ、耐欠損性を向上することができるため望ましい。
- [0019] また、前記針状をなす炭窒化チタン粒子は、前記炭窒化チタン下層の表面方向か

ら観察した場合の前記炭窒化チタン粒子の平均長軸長さが $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが、炭窒化チタン層自体の強度を高めて炭窒化チタン層の耐摩耗性を向上できる点で望ましい。

- [0020] 本発明の表面被覆部材は、前記上部層の最表面に形成された表面層、前記上部層の最下面に形成された中間層、および前記下部層のうち前記基体の表面に形成された下地層のうち少なくとも1つが、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層およびTiNO層からなる群より選ばれる1層以上の被覆層であるのがよい。
- [0021] 前記炭窒化チタンの下層に下地層として上記他のTi系被覆層を形成することによって、基体成分の拡散を抑制する効果および炭窒化チタン層の結晶構造を容易に制御できる。また、炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層との層間に中間層として上記他のTi系被覆層を形成することによって、炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層との層間の付着力の調整が容易となる。さらに、酸化アルミニウム層の結晶構造を最適化できて、酸化アルミニウム層の剥離荷重を容易に制御することができる。さらに、酸化アルミニウム層の表面に表層として上記他のTi系被覆層を形成することによって、被覆層表面の摺動性、外観等の調整が可能となる。
- [0022] さらに、前記炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層の少なくとも一方が2層以上からなり、該2層以上の各層間に、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層およびTiNO層からなる群より選ばれる被覆層(以下、他のTi系層間被覆層と称す。)を形成したものであってもよい。これによって、さらに部材の韌性を高める効果がある。なお、前記酸化アルミニウム層は α 型結晶構造からなることが、構造的に安定で高温になつても優れた耐摩耗性を維持できる点で望ましい。
- [0023] また、本発明の切削工具は、斜い面と逃げ面との交差稜線部に形成された切刃を被切削物に当てて切削加工するものであり、前記切刃が上記の表面被覆部材からなる。特に、本発明の切削工具は、基体と、この基体表面に形成された炭窒化チタン層と、この炭窒化チタン層の表面に形成された酸化アルミニウム層を具備し、前記酸化アルミニウム層が前記炭窒化チタン層の表面から剥離し始める剥離荷重を F_U 、前記炭窒化チタン層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を F_L としたとき、前記酸化アルミニウム層が剥離し始める剥離荷重 F_U が $10\sim75\text{N}$ 、前記炭窒化チタン

層が剥離し始める剥離荷重 F_L が80N以上で、且つその比(F_L/F_U)が1.1~30であるのがよい。

- [0024] 本発明の他面(other aspect)は、基体の表面に、少なくとも炭窒化チタン層およびその上層に設けられた酸化アルミニウム層を含む硬質被覆層を具備する表面被覆部材に、いわゆるカロテスト(Calotest)を実施したとき、形成される摩耗痕の観察から、前記硬質被覆層の部分的な耐摩耗性および耐欠損性の分布を評価することができるという新たな知見に基づいている。
- [0025] 前記摩耗痕を観察した際に、前記摩耗痕の中心に存在する露出した基体の周囲に観察される炭窒化チタン層におけるクラックの発生密度、すなわち平均クラック間隔が最適な状態となる場合には、炭窒化チタン層と上層の酸化アルミニウム層との間に発生する残留応力を開放して、例えば断続切削時において例え突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかるような場合であっても新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層がチッピングしたり欠損したりすることなく衝撃を吸収できる。また、クラックの生成しにくい炭窒化チタン層の下部組織が存在することによって、上部組織にて生成したクラックの伸展が阻害のために炭窒化チタン層または硬質被覆層全体がチッピングや剥離することなく、結果的に硬質被覆層全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層全体の耐摩耗性が向上する。
- [0026] すなわち、本発明の他の面にかかる表面被覆部材は、基体と、この基体表面に形成された硬質被覆層とを具備し、硬質被覆層は、少なくとも一層の炭窒化チタン層と、炭窒化チタン層の上層として形成された酸化アルミニウム層とを含む。そして、前記表面被覆部材の表面に硬質球を接触させた状態で該硬質球をころがしながら自転させるように前記表面被覆部材の前記硬質球接触部分を局所的に摩耗させて、中心に前記基体が露出するように前記硬質被覆層に球曲面の摩耗痕を形成させるカロテストを行う。本発明の表面被覆部材は、前記摩耗痕を観察した際、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される前記炭窒化チタン層に、クラックが存在しないか、あるいはクラックの存在が粗である下部組織と、該下部組織の外周位置に観察されて前記下部組織よりもクラックの存在が密である上部組織とが存在する。

- [0027] また、前記カロテストを行い、摩耗痕を観察した際、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層が、前記摩耗痕中心に存在する露出した基体の周囲に観察されてクラックが存在しないか、あるいは粗に存在する下部炭窒化チタン層と、該下部炭窒化チタン層の周囲に観察されて前記下部炭窒化チタン層よりもクラックが密に存在する上部炭窒化チタン層とを含む複数層からなることが望ましい。これにより炭窒化チタン層の上部にて生成したクラックが止まることなく伸展して下部にまで達してしまうことを防止する効果が高く、チッピングや欠損を確実に抑制できる。
- [0028] また、前記下部炭窒化チタン層の膜厚 t_3 が $1\mu m \leq t_3 \leq 10\mu m$ 、前記上部炭窒化チタン層の膜厚 t_4 が $0.5\mu m \leq t_4 \leq 5\mu m$ で、かつ、 $1 < t_3/t_4 \leq 5$ の関係を満たすことが、前記炭窒化チタン層と前記酸化アルミニウム層との密着性を高め、前記炭窒化チタン層自身のクラックの伸展を抑制することもでき、前記硬質被覆層全体の耐衝撃性を高めて、工具全体としてのチッピングや欠損を防止し、かつ高い耐摩耗性を維持することができるために望ましい。
- [0029] さらに、前記炭窒化チタン層が前記基体表面に対して垂直に伸びる筋状組織の炭窒化チタン粒子からなるとともに、前記上部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が前記下部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅より大きいことが望ましく、上部炭窒化チタン層に生成したクラックが下部炭窒化チタン層に伸展することを抑制できるとともに、酸化アルミニウム層と炭窒化チタン層との残留応力を低減してクラックの発生を最小限に抑えて両者間の付着力を制御できる。これによって、硬質被覆層の耐摩耗性と耐剥離性を高めて、工具全体としての耐摩耗性と耐欠損性を最適な状態にすることができる。
- [0030] なお、この場合には、前記上部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_4 が $0.2\sim 1.5\mu m$ であり、かつ、前記下部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_3 と前記上部炭窒化チタン層の平均結晶幅 w_4 との比(w_3/w_4)が 0.7 以下であることが、炭窒化チタン結晶自身の耐欠損性および耐チッピング性を高めることができるとともに、酸化アルミニウム層との付着力を制御して、硬質被覆層全体としての耐摩耗性および耐欠損性を高めるために望ましい。

[0031] また、前記下部炭窒化チタン層および前記上部炭窒化チタン層を一般式: $Ti(C_{1-m}N_m)$ で表したとき、前記下部炭窒化チタン層が $m=0.55\sim0.80$ 、前記上部炭窒化チタン層が $m=0.40\sim0.55$ であることが、基体上部の炭窒化チタン層に生成したクラックが下部炭窒化チタン層に伸展することを抑制し、硬質被覆層の耐チッピング性および耐欠損性を高め、高い耐摩耗性を維持することができるために望ましい。

本発明の表面被覆切削工具は上記の表面被覆部材を具備する。

発明の効果

[0032] 本発明の一面にかかる表面被覆部材は、被覆層を少なくとも2層とし、層間および被覆層と基体間の付着力を適正化することによって、硬度を実用的な範囲に維持しつつ韌性を高めて、実用的な耐摩耗性を備えるとともに耐欠損性が高まる。したがって、例えば、切削工具に適用した場合、耐欠損性が求められる加工においても層間のわずかな剥離やクラックの発生によって衝撃を吸収して、大きな剥離や被覆層全体のチッピングを防止できる。さらに、たとえ被覆層間が剥離しても、残存した下部層も微細な平均結晶幅の高い耐摩耗性を有する部分があるとともに、基体との密着力が高い。したがって、被覆層全体として摩耗の進行を抑制することができ、耐摩耗性が向上する。また、剥離荷重 F_U 、 F_L の値を最適化することによって、連続切削のように耐摩耗性が要求される加工においても被覆層が剥離することなく高い耐摩耗性を発揮する。

[0033] 本発明の他面にかかる表面被覆部材は、前記カロテストの摩耗痕の観察にて、前記摩耗痕の中心に存在する露出した基体の周囲に観察される炭窒化チタン層にクラックが存在しないか、またはクラックの存在が粗な下部組織と、該下部組織の周囲に観察されて前記下部組織よりもクラックの存在が密な上部組織とが存在する、すなわち、上部組織に優先的にクラックが生成する構成により、炭窒化チタン層と上部酸化アルミニウム層との間に発生する残留応力を開放することができる。

[0034] そのため、切削工具としての耐欠損性を高めることができる。より具体的には、過酷な切削条件や、連続切削条件、さらにはこれら断続切削と連続切削とを組み合わせた複合切削条件において、例え突発的に大きな衝撃が硬質被覆層にかかったときであっても、新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層がチッピングしたり欠損したり

することなく、上部組織を中心として衝撃を吸収できる。また、クラックの生成しにくい炭窒化チタン層の下部組織が存在することによって上部組織にて生成したクラックの伸展が阻害されるために炭窒化チタン層がチッピングや剥離することがない。その結果、硬質被覆層全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層全体の耐摩耗性が維持され、優れた耐チッピング性および耐欠損性を有する切削工具が得られる。

- [0035] 上記表面被覆部材を備えた本発明の切削工具は、鋼の切削はもちろんのこと、ねずみ鑄鉄(FC材)やダクタイル鑄鉄(FCD材)のような高硬度黒鉛粒子が分散した鑄鉄等の金属の重断続切削等のような工具切刃に強い衝撃がかかる過酷な切削条件や、連続切削条件、さらにはこれら断続切削と連続切削とを組み合わせた複合切削条件での切削においても、優れた耐欠損性、耐チッピング性、耐摩耗性等を有し、工具の長寿命化が可能となる。
- [0036] 本発明の表面被覆部材は、切削工具以外にも、摺動部品や金型等の耐摩部品、掘削工具、刃物等の工具、耐衝撃部品等の各種用途へ適用可能である。これらの用途に用いた場合であっても優れた機械的信頼性を有するものである。

発明を実施するための最良の形態

- [0037] <第一の実施形態>
- 本発明の表面被覆部材の好適例である表面被覆切削工具の第一の実施形態を図1および図2を基に説明する。図1は被覆層の破断面の走査型電子顕微鏡(SEM)写真、および図2は被覆層中における炭窒化チタン層を特定厚み成膜した表面について表面から観察した走査型電子顕微鏡(SEM)写真である。
- [0038] 図1によれば、表面被覆切削工具(以下、単に工具と略す。)1は、基体2(図1では超硬合金)の表面に少なくとも2層の硬質被覆層3を被着形成したものである。なお、基体2としては、コバルト(Co)および/またはニッケル(Ni)の鉄属金属から成る結合相にて硬質相を結合させた超硬合金やサーメットなどが挙げられる。ここで、硬質相としては、例えば、炭化タングステン(WC)、炭化チタン(TiC)または炭窒化チタン(TiCN)と、所望により周期律表第4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物および炭窒化物からなる群より選ばれる少なくとも1種からなる。また、基体2として、窒化珪素(Si

N_3O_4)や酸化アルミニウム(Al_2O_3)質セラミック焼結体、さらに立方晶窒化ホウ素(cBN)、ダイヤモンドを主体とした超硬質焼結体等の硬質材料、あるいは炭素鋼、高速度鋼、合金鋼等の金属も使用可能である。

[0039] 工具1によれば、硬質被覆層3は基体側に形成された少なくとも1層の下部層5と、下部層5の表面側に形成された少なくとも1層の上部層4とからなる。上部層4の下面が下部層5の上面から剥離し始める剥離荷重を F_u 、下部層5の下面が基体2の表面から剥離し始める剥離荷重を F_L としたとき、その比(F_L/F_u)は1.1～30である。

[0040] これによって、耐欠損性が要求される加工において上部層4の実用的に問題ない耐摩耗性は確保しつつ上部層4のわずかな剥離やクラックの発生によって衝撃を吸収して、大きな剥離や被覆層3全体のチッピングを防止できる。さらに、例え上部層4が剥離しても、残存する下部層5の基体との密着力が高いことから摩耗や欠損の抑制に貢献して、被覆層3全体として耐欠損性が高いものである。

[0041] 被覆層3の剥離荷重は、例えば、被覆層3のスクラッチ試験による付着力測定によって測定することができる。具体的には、上記スクラッチ試験は表面被覆切削工具1の被覆層3表面をダイヤモンド圧子にて下記条件で引っ搔くことによって測定される。

<圧子>

円錐形ダイヤモンド圧子(ダイヤモンド接触子)

曲率半径: 0.2mm

稜線角度: 120°

<試験条件>

テーブルスピード: 0.17mm/秒

荷重スピード: 100N/分(連続荷重)

(ただし、初期荷重は剥離荷重に応じて調整)

引掻き距離: 5mm

評価: 上記引っ掻き痕を顕微鏡によって観察する。

その際、(1)上部層がその下に存在する下部層の表面から剥がれる、すなわち上部層が剥離し始めて下部層が露出し始めた位置、(2)ダイヤモンド圧子の荷重が上

部層自体の強度を上回って上部層が割れて、その下に存在する下部層が露出する、すなわち上部層が破壊し始めて下部層が露出し始めた位置のいずれかを特定する。つまり、引っ搔き痕のうち上部層が露出した領域と、上部層とは異なる下部層が露出した領域との境界位置を特定し、この位置での荷重を算出することによって、上部層が下部層の表面から剥離し始める剥離荷重(F_u)を求めることができる。

[0042] なお、組織観察のみでは特定が困難な場合には表面に露出した元素成分をX線分光分析(Electron Probe Micro-Analysis)またはX線光電子分光分析(X-ray photoelectron spectroscopy)等にて確認することにより剥離し始める荷重の特定が可能となる。

[0043] また、上記スクラッチ試験は、表面被覆部材の平坦面にて測定されることが、より正確な測定が可能な点で望ましい。したがって、例えば略平板形状のスローアウェイチップ等のように、正面が斜い面をなし側面が逃げ面をなすような切削工具においては、ブレーカや絵柄等を形成しない逃げ面にて剥離荷重を測定する。また、逃げ面での測定が困難な形状である場合には、測定可能な部位にて測定した値で代用するものとする。特に、代用する部分は、基体表面が研磨されない焼き肌状態であり、この表面に被覆層が被覆された部分であることが望ましいが、基体表面が研磨加工された面であっても本発明の効果を失わない。

[0044] なお、本発明によれば、多層の被覆層の中で、下部層5とは基体2から剥離し始める被覆層を指す。基本的には、下部層5は1層目の被覆層を指す場合が多いが、例えば基体2の直上に存在する1層目の被覆層がその次に被着される2層目の被覆層と同時に剥離する場合には、1層目の被覆層と2層目の被覆層が下部層5となる。3層以上が基体2から同時に剥離する場合にも同様に、同時に基体2から剥離する複数層が下部層5となり、下部層5の剥離荷重が F_u となる。

[0045] また、上部層4についても、下部層5の直上、すなわち上部層4の最下層に位置する上-1層目の剥離荷重が基本的に上部層4の剥離荷重 F_u となる。この場合にも、上部層4の上-1層目の被覆層が上-2層目の被覆層と同時に剥離してしまうような場合には、上-2層目の被覆層の剥離荷重が上部層4の剥離荷重 F_u となる。同様に、上-3層目が上-1層目と同時に剥離する場合にも、上-1層目と同時に剥離する

上－3層目の被覆層の剥離荷重が上部層4の剥離荷重 F_U となる。このように、上部層4のうち、上－1層目と同時に剥離する複数の上部層がある場合には、上－1層目と同時に剥離する複数の上部層のうち最上層の剥離荷重が上部層4の剥離荷重 F_U となる。さらに、上部層の構成において、上－1層目の被覆層が剥離する前に低い荷重で上－2層目以上の被覆層が剥離して上－1層目が露出する場合もあるが、本発明においては、このような場合の上－2層目以上の被覆層の剥離荷重は上部層の剥離荷重 F_U ではない。

つまり、硬質被覆層3の被覆層のうち、最も剥離荷重が高い被覆層が下部層5であり、その下部層5の剥離荷重が剥離荷重 F_L である。そして、硬質被覆層3の被覆層のうち、2番目に剥離荷重が高い被覆層が上部層4であり、その上部層4の剥離荷重が剥離荷重 F_U である。

- [0046] なお、図1の構成によれば、上部層4が酸化アルミニウム層、下部層5が炭窒化チタン層となる可能性が高い。したがって、以下、図1に基づいた説明においては、上部層4を酸化アルミニウム層4、下部層5を炭窒化チタン層5として説明する。この構成からなる工具1は、耐摩耗性と耐欠損性が共に実用的な構成となっている。
- [0047] ここで、耐摩耗性が要求される加工において被覆層3が剥離することなく高い耐摩耗性を有する構成とするためには、上記比(F_L / F_U)が1.2～10であることが特に望ましい。さらに、切削工具として実用的な耐摩耗性を確保しつつ耐欠損性を向上させるためには、上記比(F_L / F_U)が1.5～5であることがさらに望ましい。
- [0048] すなわち、図1の構成において、この酸化アルミニウム層4の剥離荷重 F_U と炭窒化チタン層5の基体2からの剥離荷重 F_L の比率を上記所定の範囲内に制御することよって、被覆層3の耐欠損性、より好ましくは耐摩耗性の最適化、さらに好ましくは切削工具としての実用的な耐摩耗性を確保しつつ切削工具の耐欠損性を向上させることができるものである。
- [0049] また、図1の構成によれば、酸化アルミニウム層4の剥離荷重 F_U が10～75Nで、かつ炭窒化チタン層5の剥離荷重 F_L が80N以上であることが、部材の耐欠損性を向上できる点で望ましい。特に酸化アルミニウム層4の剥離荷重 F_U が20～60Nで、かつ炭窒化チタン層5の剥離荷重 F_L が100N以上であることが、部材の耐摩耗性をも高

めることができる点でより望ましい。さらに、酸化アルミニウム層4の剥離荷重 F_U が30～45Nで、かつ炭窒化チタン層5の剥離荷重 F_L が110N以上であることが、切削工具として実用的な耐摩耗性を確保しつつ耐欠損性を向上できる点でさらに望ましい。

- [0050] ここで、被覆層3の組織観察において、前記被覆層間が剥離または破壊し始める酸化アルミニウム層4(上部層)の下面(界面)における界面の粗さRは0.5～3μmであることが、被覆層3の付着力を確実に制御できる点で望ましい。
- [0051] なお、界面の粗さRは、界面の凹凸形状から算術平均粗さ(Ra)の算出方法に準じて求められる。具体的には、本発明における表面粗さRとは、上部層4の下面における凹凸形状をトレースし、このトレースを表面形状とみなして、JIS B 0601－2001(ISO4287－1997)に規定される算術平均粗さ(Ra)の算出方法に準じて求められる値と定義する。
- [0052] さらに、上部層4の膜厚 t_U が2.0～10.0μmで、下部層5の膜厚 t_L が3.0～12.0μmであることが、上部層4および下部層5の剥離荷重を制御することができて、耐欠損性を高めることができる点で望ましい。また、上記膜厚に制御することによって工具1の耐摩耗性が向上するという効果もある。
- [0053] また、図1においては、炭窒化チタン層5は、膜表面に対して垂直な断面方向から見たとき、基体2の表面に対して垂直な方向に成長した筋状炭窒化チタン結晶からなる。この筋状炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層4側の平均結晶幅が基体2側の平均結晶幅より大きいことが剥離荷重を制御できる点で望ましい。
- [0054] 特に、基体2側の平均結晶幅 w_1 が0.05～0.7μmで、かつ、基体2側の平均結晶幅 w_1 と前記筋状炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層4側の平均結晶幅 w_2 との比(w_1/w_2)が0.7以下であることが、上部層4と下部層5との付着力、および基体2と下部層5との付着力をともに調整することができ、剥離荷重を制御してチッピングを防ぐことができる点で望ましい。
- [0055] 上記平均結晶幅の具体的な測定方法は、炭窒化チタン層5の基体2との界面から界面に垂直な方向に向かって1μmの位置(核生成によって結晶幅wが小さい領域を越えた高さ h_1 および線B))の位置における炭窒化チタン層5の平均結晶幅を w_1 、炭窒化チタン層5の酸化アルミニウム層4との界面から基体2へ垂直に向かって0.5

$\mu\text{ m}$ の位置(h_2 および線A)における平均結晶幅を w_2 として測定する。

- [0056] さらに、炭窒化チタン層5を多層構造とした際の炭窒化チタン層5の総膜厚(図1では炭窒化チタン下層6と炭窒化チタン上層7)は5～15 $\mu\text{ m}$ であることが膜剥離を抑えて耐摩耗性を維持するという点で望ましい。また、酸化アルミニウム層4の膜厚は2～8 $\mu\text{ m}$ であることが耐摩耗性、特に鋳鉄に対する耐摩耗性および耐溶着性を維持しつつ、耐欠損性を高めることができる点で望ましい。
- [0057] また、炭窒化チタン層5が、平均結晶幅が小さく基体2側に位置する炭窒化チタン下層6と、平均晶幅が大きく前記酸化アルミニウム層4側に位置する炭窒化チタン上層7とを含む2層以上の多層からなることが、酸化アルミニウム層4側に発生したクラックの伸展を効果的に止めることができて耐欠損性がさらに高まる点で望ましい。
- [0058] なお、この場合、工具1の耐摩耗性と耐欠損性との最適化の点で、炭窒化チタン下層6の膜厚 t_1 が1～10 $\mu\text{ m}$ 、炭窒化チタン上層7の膜厚 t_2 が1～5 $\mu\text{ m}$ で、かつ、 $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たすことが望ましい。
- [0059] さらに、炭窒化チタン下層6を表面方向から見たとき、炭窒化チタン下層6が針状をなす炭窒化チタン粒子(以下、微細炭窒化チタン粒子8aと記す。)の集合体からなるとともに、該微細炭窒化チタン粒子8aが炭窒化チタン下層6の表面方向に対してランダムな方向にそれぞれ伸びていることが望ましい。これによって、炭窒化チタン下層6におけるクラックの偏向効果が高く、クラックが炭窒化チタン層層5の深さ方向に伸展することを防止でき、炭窒化チタン層5内にチッピングや層剥離が発生することなく、耐欠損性が向上する点で望ましい。
- [0060] また、炭窒化チタン層5を表面方向から観察した場合の微細炭窒化チタン粒子8aの平均アスペクト比が2以上であることがクラックの伸展を抑制して耐欠損性を高める点で望ましく、特にクラックの偏向を促す効果が高くより効果的に耐欠損性を高める点で、平均アスペクト比が3以上であることがより望ましく、さらに平均アスペクト比が5以上であることがさらに望ましい。
- [0061] ここで、炭窒化チタン層5の微細炭窒化チタン粒子8aは膜の表面(すなわち基体の表面)に対して垂直方向に成長しており、微細炭窒化チタン粒子8aを断面方向から観察した場合の平均アスペクト比が3以上、好ましくは5以上の筋状結晶であることが

衝撃吸収力を高める点で望ましく、特に8以上、さらには10以上であることが炭窒化チタン層5自身の硬度を高めて耐摩耗性を向上できる点で望ましい。

- [0062] なお、断面方向および表面方向の観察を加味すると、炭窒化チタン層5中の微細炭窒化チタン粒子8aは板状結晶になっているものと推定される。また、粒子(上記微細炭窒化チタン粒子8a)のアスペクト比は、各粒子について、粒子の長軸と直交する短軸の長さ／粒子の長軸の長さの比が最大値となる値を算定し、一視野内に存在する各炭窒化チタン粒子についてそのアスペクト比の平均値によって見積もることができます。また、被覆層3の断面組織観察にて、粒状炭窒化チタン結晶が30面積%以下の割合で混合した混晶であってもよい。
- [0063] ここで、炭窒化チタン粒子8の表面方向における組織観察および平均アスペクト比を測定する際、最表面が上記板状の炭窒化チタン粒子8aからなる炭窒化チタン層(以下、微細炭窒化チタン層5aと略す。)である場合には、図2(a)に示すように、その表面をSEMによって観察することができる。一方、上記微細炭窒化チタン層5aの表面に別の層が存在する場合には、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて、被覆層3の所定位置のみが残存するように研磨加工した後、例えば5000～200000倍の倍率によって上記加工部を観察する方法が有効である。この方法によって、例え被覆層3として上記微細炭窒化チタン層5aの上面に他の硬質層が成膜された多層被覆層であっても確実に表面方向からの微細炭窒化チタン粒子8aの組織状態を確認できる。
- [0064] また、断面方向における組織観察および平均アスペクト比を測定する際には、基体2の表面に垂直な方向に工具1を破断または研削し、その破断面または研削面を走査型電子顕微鏡(SEM)にて例えば3000～50000倍で観察することで測定することができる。
- [0065] また、図2は微細炭窒化チタン層を成膜した状態での表面を観察したSEM写真であるが、微細炭窒化チタン層5aの微細炭窒化チタン粒子8aを表面から観察した際、図2(a)に示すように、微細炭窒化チタン粒子8aの平均長径長さを1μm以下することが、微細炭窒化チタン層5a中に発生したクラックを偏向してクラックの伸展を抑制する効果が高く、かつ被覆層3自体の強度を向上させて耐欠損性を向上することができるため望ましい。

[0066] さらに、炭窒化チタン上層7は、微細炭窒化チタン層5aの構成とは異なり、例えば、図2(b)に示すように炭窒化チタン粒子8bの平均長さが $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上からなることが酸化アルミニウム層4との密着力、上部層の剥離荷重 F_u を制御するために望ましい。この場合、炭窒化チタン粒子8bのアスペクト比は2以下であってもよいが、酸化アルミニウム層4との密着力を向上するために望ましくは2~5である。

[0067] なお、前記酸化アルミニウム層は痩型結晶構造からなることが、構造的に安定で高温になっても優れた耐摩耗性を維持できる点で望ましい。従来では α 型結晶構造をもつ酸化アルミニウムは優れた耐摩耗性を持つが、核生成の際に生成する核のサイズが大きいため、炭窒化チタン層5との接触面積が小さく付着力が弱くなつて膜剥離を起こしやすいという問題があった。しかし、上述した組織調整によって酸化アルミニウム層4と炭窒化チタン層である下部層5との付着力を所定の範囲内に制御することができるため、酸化アルミニウム層4を痩型結晶構造としても十分な付着力を得ることができる。よつて、優れた耐摩耗性を有する痩型結晶構造の酸化アルミニウムからなる酸化アルミニウム層4における付着力を低下させることなく得ることができるために、工具寿命のより長い工具1を得ることができる。なお、酸化アルミニウム結晶の一部を α 型結晶構造以外の κ 型結晶構造として、すなわち酸化アルミニウム層4の結晶構造を α 型結晶構造と κ 型結晶構造との混晶として酸化アルミニウム層4の付着力を調整することも可能である。

[0068] さらに、前記上部層の最表面に形成された表面層、前記上部層の最下面に形成された中間層、および前記下部層のうち前記基体の表面に形成された下地層のうち少なくとも1つは、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層およびTiNO層からなる群より選ばれる1層以上の被覆層(以下、他のTi系被覆層と称す)であるのが好ましい。

具体的には、図1に示すように、基体2と炭窒化チタン層5との間には、炭窒化チタン層5の付着力向上および基体成分の拡散による耐摩耗性の低下を防ぐため、層厚0.1~2 μm の範囲でTiNからなる下地層10が成膜されている。なお、この下地層10は薄く、かつ炭窒化チタン層5との密着力が高いために炭窒化チタン層5と同時に剥離する。また、基体2または炭窒化チタン層5から炭素が拡散して下地層であるTiN層が炭窒化チタン層5に吸収されて消失することもある。したがつて、図1の構成に

おける工具1の炭窒化チタン層5のスクラッチ強度測定においては、炭窒化チタン層5と下地層10とが同時に剥離し始める場合が多く、このような場合には炭窒化チタン層5の剥離し始めた時点で基体2が露出する形態となる。

- [0069] また、酸化アルミニウム層4を α 型結晶構造とする場合には、炭窒化チタン層5と酸化アルミニウム層4との間に $1\ \mu\text{m}$ 以下のTiCO層、TiNO層またはTiCNO層のいずれかの中間層11を形成することが安定して α 型結晶構造を成長させることができる点で望ましく、特に膜厚を $0.5\ \mu\text{m}$ 以下とすることによって酸化アルミニウム層4(上部層の被覆層)の付着力を容易に制御することができる点で望ましい。
- [0070] さらに、酸化アルミニウム層4の上層、すなわち硬質被覆膜3の表面にTiNからなる表層12を形成することによって、工具が金色を呈するため、工具1を使用したときに表層12が摩耗して使用済みかどうかの判別がつきやすく、また、摩耗の進行を容易に確認できるため望ましい。さらには、表層12はTiN層に限定されるものではなく、摺動性を高めるためにDLC(ダイヤモンドライクカーボン)層やCrN層を形成する場合もある。表層12をなすTiN層の膜厚は $1\ \mu\text{m}$ 以下であることが望ましく、かかる表層12の剥離強度は酸化アルミニウム層4の剥離強度よりも低くなることが使用の有無を目視で確認しやすくなる点で望ましい。
- [0071] なお、上記同様に、炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層との間に中間層として上記他のTi系被覆層を形成する場合、この中間層は酸化アルミニウム層と同時に剥離してしまう。さらに、酸化アルミニウム層の上面に表層として形成したTiN層は酸化アルミニウム層の剥離荷重よりも低い荷重で剥離してしまう。したがって、この場合、上部層4の剥離荷重F_uは酸化アルミニウム層の剥離荷重となる。
- [0072] また、前記炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層の少なくとも一方が2層以上からなり、該2層以上の前記炭窒化チタン層および/または酸化アルミニウム層の各層間に、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層およびTiNO層からなる群より選ばれる層が形成された構成であってもよい。かかる構成によって部材の耐欠損性をさらに向上することも可能である。
- [0073] (製造方法)

次に、この実施形態にかかる表面被覆切削工具を製造する方法について説明する

。まず、上述した硬質合金を焼成によって形成しうる金属炭化物、窒化物、炭窒化物、酸化物等の無機物粉末に、金属粉末、カーボン粉末等を適宜添加、混合し、プレス成形、鋳造成形、押出成形、冷間静水圧プレス成形等の公知の成形方法によって所定の工具形状に成形した後、真空中または非酸化性雰囲気中にて焼成することによって上述した硬質合金からなる基体2を作製する。そして、上記基体2の表面に所望によって研磨加工や切刃部のホーニング加工を施す。

- [0074] なお、基体2の表面粗さは、被覆層の付着力を制御する点で、斜い面における算術平均粗さ(Ra)が0.1～1.5 μm、逃げ面における算術平均粗さ(Ra)が0.5～3.0 μmとなるように原料粉末の粒径、成形方法、焼成方法、加工方法を制御する。
- [0075] 次に、その表面に例えば化学気相蒸着(CVD)法によって被覆層3を成膜する。まず、チャンバ内を800～1000°C、10～30kPaの条件で、反応ガス組成として塩化チタン($TiCl_4$)ガスを0.1～10体積%、窒素(N_2)ガスを0～60体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入して下地層であるTiN層を成膜する。
- [0076] 次に、例えば、反応ガス組成として、体積%で塩化チタン($TiCl_4$)ガスを0.1～10体積%、窒素(N_2)ガスを0～60体積%、メタン(CH_4)ガスを0～0.1体積%、アセトニトリル(CH_3CN)ガスを0.1～0.4体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、成膜温度を780～880°C、5～25kPaにて炭窒化チタン層5を成膜する。
- [0077] ここで、上記成膜条件のうち、反応ガス中のアセトニトリルガスの割合が0.1～0.4体積%に調整することによって、微細炭窒化チタン層5a中の微細炭窒化チタン粒子8aの組織を上述した範囲に確実に成長させることができる。また、上記成膜温度についても、780°C～880°Cとすることが、断面観察において筋状をなし、かつ表面観察において針状をなす微細炭窒化チタン粒子8aからなる微細炭窒化チタン層5aを形成するために望ましい。
- [0078] なお、本実施形態では、炭窒化チタン層の成膜前期(炭窒化チタン下層の成膜時)に使用する反応ガス中の CH_3CN の割合よりも炭窒化チタン層の成膜後期(炭窒化チタン上層の成膜時)に使用する反応ガス中のアセトニトリル(CH_3CN)ガスの混合

割合を増やすことによって、炭窒化チタン下層よりも炭窒化チタン上層中の炭窒化チタン粒子の平均結晶幅を大きくする。具体的には、炭窒化チタン層の成膜前期に使用するアセトニトリルガスの導入割合に対して炭窒化チタン層の成膜後期時に導入するアセトニトリルガスの割合を1.5倍以上とすることにより確実な制御が可能である。

- [0079] ここで、上記成膜条件のうち、筋状炭窒化チタン結晶の成長過程では、 CH_3CN (アセトニトリル)ガスの割合 V_A を0.1~3体積%に制御するとともに、キャリアガスである H_2 ガスの割合 V_H と CH_3CN ガスの割合 V_A との比(V_A/V_H)が0.03以下となるように低濃度に制御することによって、微細な核生成ができる炭窒化チタン層の付着力を向上させることができる。
- [0080] ここで、上記成膜条件のうち、反応ガス中のアセトニトリル(CH_3CN)ガスの割合が0.1体積%より少ないと筋状炭窒化チタン結晶に成長させることができず粒状結晶となる。逆に反応ガス中の CH_3CN ガスの割合 V_A が3体積%を超えると炭窒化チタン結晶の平均結晶幅が大きくなつて、その比を制御することができない。
- [0081] また、炭窒化チタン層の上層を成膜する際は、反応ガス中の CH_3CN ガス導入量を上述したように変え、所望により成膜温度を調整することによって、炭窒化チタン結晶の平均結晶幅を所定の構成に制御することが可能である。
- [0082] 次に、所望により中間層を成膜する。例えば中間層11としてTiCNO層を成膜する場合には、塩化チタン(TiCl_4)ガスを0.1~3体積%、メタン(CH_4)ガスを0.1~10体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01~5体積%、窒素(N_2)ガスを0~60体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を800~1100°C、5~30kPaとする。
- [0083] そして、引き続き、酸化アルミニウム層4を成膜する。酸化アルミニウム層4の成膜方法としては、塩化アルミニウム(AlCl_3)ガスを3~20体積%、塩化水素(HCl)ガスを0.5~3.5体積%、二酸化炭素(CO_2)ガスを0.01~5.0体積%、硫化水素(H_2S)ガスを0~0.01体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを用い、900~1100°C、5~10kPaとすることが望ましい。
- [0084] また、表層(TiN層)12を成膜するには、反応ガス組成として塩化チタン(TiCl_4)ガ

スを0.1～10体積%、窒素(N_2)ガスを0～60体積%、残りが水素(H_2)ガスからなる混合ガスを調整して反応チャンバ内に導入し、チャンバ内を800～1100°C、50～85kPaとすればよい。

[0085] このとき、上述した方法に加えて、上記化学蒸着法にて被覆層3を成膜した後700°Cまでのチャンバの冷却速度を12～30°C／分に制御することによって、上部層4および下部層5の付着力を上述した所定の範囲に制御することができる。

[0086] そして、所望により、成膜した被覆層3表面の少なくとも切刃部を研磨加工する。この研磨加工により、被覆層3中に残存する残留応力が開放されてさらに耐欠損性に優れた工具となる。

[0087] なお、本発明は上記実施態様に限定されるものではなく、例えば、上部層4および／または下部層5が単層であってももちろんよい。また、上記説明においては成膜方法として化学蒸着(CVD)法を用いた場合について説明したが、被覆層の一部または全部を物理蒸着(PVD)法によって形成したものであってもよい。

[0088] 例え、イオンプレーティング法にて、上部層4一下部層5の組み合わせが、TiAlN層-TiCN層とした構成、TiCrN層-TiAlN層とした構成、DLC層-CrSiBN層とした構成等各種の組み合わせが可能である。そして、これら各層の付着力を上述した範囲に制御することによって、耐欠損性に優れ、さらに耐摩耗性に優れて、場合によつては、加えて摺動性、被削材や被摺動材との耐反応性、外観に優れた表面被覆部材を作製することができる。

[0089] <第二の実施形態>

本発明の表面被覆部材の好適例である表面被覆切削工具の第二の実施形態について、図3および図4を基に説明する。図3はカロテストの摩耗痕の金属顕微鏡像であつて、図3(a)は本実施形態、(b)は比較例である。また、図4は硬質被覆層を含む破断面の走査型電子顕微鏡(SEM)写真である。なお、図4の基本的な膜構成は図1と同じであるために、第一の実施形態と同じ説明となる部分については、図1と同じ符号を付して説明を省略する。

[0090] 図3、4によれば、表面被覆切削工具(以下、単に工具と略す。)21は、基体2の表面に硬質被覆層23を化学蒸着法(CVD)にて被着形成したものである。

- [0091] 本実施態様によれば、図4に示すように、硬質被覆層23として、少なくとも炭窒化チタン(TiCN)層24およびその上層として酸化アルミニウム層4を有している。また、図3は、カロテストの摩耗痕27を金属顕微鏡または走査型電子顕微鏡(図3は金属顕微鏡写真)により、例えば倍率40～500倍(図3では50倍)で観察したものである。
- [0092] ここで、本発明の評価項目として規定するカロテストとは、図5に示すように、工具21の表面、すなわち硬質被覆層23の表面に金属製または超硬合金製の硬質球33を接触させた状態で硬質球33を支持する支持棒34を回転させて硬質球33をころがしながら自転させることによって、工具21を局所的に摩耗させ、図3に示すように摩耗痕27の中心に基体2が露出するように硬質被覆層23を球曲面に摩耗させたものである。一般的には、カロテストは、この摩耗痕27中に観察される硬質被覆層23の各層の幅を観察することによって各層の膜厚を見積もる方法である。
- [0093] 本発明によれば、上記カロテストの摩耗痕27として、摩耗痕27の中心に基体2が露出するように硬質被覆層23を球曲面に摩耗させた状態としたものである。この摩耗痕27中に含まれる硬質被覆層23の各層の摩耗、剥離、クラック25の伸展状態等を各層ごとに観察することにより、硬質被覆層23の性状および特性を評価できることを見出したものである。
- [0094] 本発明によれば、カロテストの摩耗痕27の観察において、図3(a)のように摩耗痕27の中心に存在する露出した基体2の外周位置に観察される炭窒化チタン層24に、クラックが存在しないか、あるいはクラックの存在が粗な下部組織31と、下部組織31の外周位置に観察されて下部組織31よりも平均クラックの存在が密な上部組織32とが存在する。
- [0095] ここで、本発明において、クラックの存在の粗密度合いは、クラックの本数、クラックによって囲まれた各露出部の平均面積、クラックの間隔等によって定量化することができる。例えば、平均クラック間隔にてクラックの粗密度合いを定量化する方法について図3を基に説明する。
- 本発明における平均クラック間隔とは、図3に示されるように、カロテスト摩耗後、金属顕微鏡写真にて摩耗痕表面を観察した際に、該摩耗痕の中心に存在する露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層24に観察されるクラック25について

、インタセプト法の基本思想に基づき、写真上に任意の線Lを引いたときのクラック間の距離の平均をさす。

具体的には、まず写真上に任意の円cを描き、この円cの円周上に存在するクラック25の数を観察する。そして、円周長さLを上記円周上に存在するクラック25の数で割った長さを平均クラック間隔(クラック間の距離の平均)とする。

[0096] さらに、前記炭窒化チタン層24の下部組織31中に観察される平均クラック間隔xに対する上部組織32中に観察される平均クラック間隔yの比(y/x)は0.5以下であることが、炭窒化チタン層24と酸化アルミニウム層4との密着性を高め、かつ炭窒化チタン層24自身のクラックの伸展を抑制するうえで望ましい。なお、下部組織31にクラックが存在しない場合はx=無限大、y/x=0として計算する。また、前記下部組織31における平均クラック間隔は80 μm以上であるのがよい。

[0097] 本実施形態の工具は、上記構成によって、たとえ突発的に大きな衝撃が硬質被覆層23にかかっても、炭窒化チタン層24の表面側である上部組織32に優先的にクラック25が発生することによって応力解放されて、新たに大きなクラックが発生して硬質被覆層23がチッピングしたり欠損したりすることなく衝撃を吸収できる。これに対して、従来の工具では、コーティング後の冷却時に酸化アルミニウム層と炭窒化チタン層との熱膨張係数差に起因する残留応力が存在する界面部分から剥離してしまう。また、本実施形態では、クラック25の生成しにくい炭窒化チタン層24の下部組織31が存在することによって、上部組織32にて生成したクラック25の伸展が阻害されるために炭窒化チタン層24がチッピングや剥離することがない。それゆえ、硬質被覆層23全体のチッピングや剥離を防止できるとともに、硬質被覆層23全体の耐摩耗性が向上する結果、優れた耐欠損性および耐チッピング性を有する工具21が得られる。

[0098] すなわち、摩耗痕27の観察において、炭窒化チタン層24の上部組織32にクラック25がないと炭窒化チタン層24と酸化アルミニウム層4との間の残留応力が解放されず、硬質被覆層23に大きな衝撃が加わった場合に炭窒化チタン層24と酸化アルミニウム層4のいずれか、または両方に大きなクラック25が一気に伸展して硬質被覆層23に大きなチッピングが発生したり、突発欠損したりしやすくなる。

[0099] また、図3(b)のように、炭窒化チタン層24全体においてクラック25の生成割合が

同じ、すなわち、クラック間隔が炭窒化チタン層24全体にわたって一様であると、上記酸化アルミニウム層4との残留応力に起因する切削前に内在したクラックや切削中の衝撃によって発生したクラック25が炭窒化チタン層24全体に早期に伸展してしまい、この場合にも硬質被覆層23にチッピングが発生したり、欠損したりしやすくなる。

- [0100] ここで、基体2の露出した部分の大きさが大きすぎたり、小さすぎたりすると、炭窒化チタン層24中のクラック25を正確に観察することができない場合があるため、摩耗痕27中に露出する基体2の直径が摩耗痕27全体の直径の0.1倍～0.6倍になるようカロテストの摩耗条件(時間、硬質球の種類、研磨剤等)を調節するのがよい。
- [0101] また、カロテストの摩耗痕観察において、炭窒化チタン層24の上部組織中に観察される平均クラック間隔xに対する下部組織31中に観察される平均クラック間隔yの関係式 x/y が0.5以下、特に0.2以下であることが望ましく、これによって炭窒化チタン層24のクラックの生成割合を最適化することができる。これによって、炭窒化チタン層24と酸化アルミニウム層4との密着性を高めるとともに、炭窒化チタン層24自身のクラックの伸展を抑制することもできる。その結果、硬質被覆層23全体の耐チッピング性、耐欠損性が向上し、かつ工具21の耐摩耗性が維持される。
- [0102] さらに、下部組織31におけるクラック間隔が $80\mu m$ 以上、特に $100\mu m$ 以上、さらには $150\mu m$ 以上であることが、炭窒化チタン層24の下部組織31がクラックの伸展しにくい組織構造となるため、炭窒化チタン層24の強度が高まり、硬質被覆層23全体の耐欠損性、耐チッピング性が向上するため望ましい。
- [0103] また、図3の工具21の破断面における走査型電子顕微鏡像を示す図4によれば、炭窒化チタン層24が、摩耗痕27中心に存在する露出した基体2の外周位置に観察されてクラックが存在しないか、もしくは平均クラック間隔が広い下部炭窒化チタン層35と、下部炭窒化チタン層35の周囲に観察されて下部炭窒化チタン層35よりも平均クラック間隔が狭い上部炭窒化チタン層36との複数層が存在した状態となっている。この構成によって、炭窒化チタン層24の上部にて生成したクラック25が伸展して下部にまで達してしまうことを効果的に防止して、確実に硬質被覆層3のチッピングや欠損を防止できる。
- [0104] ここで、上部炭窒化チタン層36の膜厚 t_4 が $0.5\mu m \leq t_4 \leq 5\mu m$ 、下部炭窒化チタ

ン層35の膜厚 t_3 が $1\mu m \leq t_3 \leq 10\mu m$ で、かつ、 $1 < t_3/t_4 \leq 5$ の関係を満たすことが、炭窒化チタン層24と酸化アルミニウム層4との密着性を高め、かつ炭窒化チタン層24自身のクラック25の伸展を抑制することもでき、硬質被覆層23全体の耐衝撃性を高めて、工具21全体としてのチッピングや欠損を防止し、かつ高い耐摩耗性を維持することができるため望ましい。

[0105] また図4に示すように、炭窒化チタン層24中の炭窒化チタン粒子が基体2表面に対して垂直に伸びる筋状組織からなるとともに、上部炭窒化チタン層36が炭窒化チタン粒子の平均結晶幅 w_4 が大きい筋状組織からなり、下部炭窒化チタン層35が炭窒化チタン粒子の平均結晶幅 w_3 が小さい筋状組織からなることが、上部炭窒化チタン層36に生成したクラック25が下部炭窒化チタン層35に伸展することを抑制できるとともに、酸化アルミニウム層4と炭窒化チタン層24との残留応力を低減してクラックの発生を最小限に抑えて両者間の付着力を制御できる。これによって、硬質被覆層23の耐摩耗性と耐剥離性を高めて、工具21全体としての耐摩耗性と耐欠損性を最適な状態にすることができるため望ましい。

[0106] ここで、基体2表面に対して垂直に伸びる筋状組織の炭窒化チタン粒子とは、基体2との界面に対して垂直な方向の結晶長さ／平均結晶幅＝アスペクト比が2以上の結晶組織を指す。また、図4に示すような硬質被覆層23の断面組織観察にて、粒状炭窒化チタン結晶が30面積%以下の割合で混合した混晶であってもよい。

[0107] なお、この場合には、炭窒化チタン層24中の上部炭窒化チタン層36における平均結晶幅 w_4 が $0.2 \sim 1.5\mu m$ 、特に $0.2 \sim 0.5\mu m$ であり、かつ、下部炭窒化チタン層35における平均結晶幅 w_3 と上部炭窒化チタン層36の平均結晶幅 w_4 との比(w_4/w_3)が0.7以下、特に0.5以下であることが、炭窒化チタン層24自身の耐欠損性および耐チッピング性を高めることができるとともに、酸化アルミニウム層4との付着力を制御して、硬質被覆層23全体としての耐摩耗性および耐欠損性を高めるために望ましい。

[0108] また、本発明において筋状結晶からなる炭窒化チタン粒子の平均結晶幅を測定する方法としては、硬質被覆層23を含む断面について走査型電子顕微鏡写真観察を行い、炭窒化チタン層24の各高さ領域において基体2と硬質被覆層23との界面と平

行な直線を引き(図4の線分C、D参照)、この線分上にある各粒子の幅の平均値、すなわち線分長さを、線分上を横切る粒界の数で割った値を平均結晶幅wとする。

[0109] また、炭窒化チタン層24(下部炭窒化チタン層35および上部炭窒化チタン層36)を $Ti(C_{1-m}N_m)$ と表したとき、下部炭窒化チタン層35においてmが0.55～0.80、上部炭窒化チタン層36においてmが0.40～0.55の組成からなることが、上部炭窒化チタン層36に生成したクラックが下部炭窒化チタン層35に伸展することを抑制し、硬質被覆層23の耐チッピング性および耐欠損性を高めるために望ましい。

[0110] また、第一の実施形態と同様に、基体2と炭窒化チタン層24との間に最下層10として、炭窒化チタン層24と酸化アルミニウム層4との層間に中間層11として、多層に形成された炭窒化チタン層24の層間に炭窒化チタン層間層(図示せず)として、酸化アルミニウム層4の上層に表層12として、窒化チタン(TiN)層、炭化チタン(TiC)層、炭窒酸化チタン(TiCNO)層、炭酸化チタン(TiCO)層および窒酸化チタン(TiNO)層の群から選ばれる少なくとも1層基体2の成分の拡散防止、硬質被覆層23の各層間密着力の向上、炭窒化チタン層24、酸化アルミニウム層4の組織、結晶構造、密着力およびクラックの発生状態を制御する等が可能である。最下層10では特に窒化チタン層を介装するのが好ましい。

[0111] (製造方法)

次に、上述した第二の実施形態にかかる表面被覆切削工具を製造する方法について説明する。基本的には、第一の実施形態と同様な製造方法によって製造することができる。

ここで、本実施形態で注意すべき点は、炭窒化チタン層の成膜前期(下部炭窒化チタン層35の成膜)ではチャンバ内温度を800～840°Cの範囲にし、炭窒化チタン層の成膜後期(上部炭窒化チタン層36の成膜)では、チャンバ内温度を860～900°Cとし、使用する反応ガス中のアセトニトリル(CH_3CN)ガスの混合割合を成膜前記に使用した CH_3CN ガスの混合割合よりも増やすことである。これによって、下部炭窒化チタン層35よりも上部炭窒化チタン層36のクラックを密にすることができる。

[0112] また、化学蒸着法にて硬質被覆層を成膜した後700°Cまでのチャンバの冷却速度を12～30°C／分に制御することによって、炭窒化チタン層の組織を、上記カロテスト

にて所定のクラックが観察される組織に制御することができる。

[0113] 以上、第一の実施形態および第二の実施形態の説明では本発明の表面被覆部材を切削工具に応用した例について説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、例えば、掘削工具、金型や摺動部材等の耐摩耗性および耐欠損性が要求される構造材に好適に利用可能である。

[0114] 次に、実施例を挙げて本発明の表面被覆部材を詳細に説明するが、本発明は以下の実施例のみに限定されるものではない。

[実施例I]

平均粒径1.5 μmの炭化タングステン(WC)粉末に対して、平均粒径1.2 μmの金属コバルト(Co)粉末を6質量%、平均粒径2.0 μmの炭化チタン(TiC)粉末を0.5質量%、TaC粉末を5質量%の割合で添加、混合して、プレス成形により切削工具形状(CNMA120412)に成形した後、脱バインダ処理を施し、0.01Paの真空中、1500°Cで1時間焼成して超硬合金を作製した。さらに、作製した超硬合金にブライシ加工にてすくい面より刃先処理(ホーニングR)を施した。得られた基体の逃げ面においてJIS B0601-2001に準じた算術平均粗さ(Ra)は1.1 μm、すくい面における算術平均粗さ(Ra)は0.4 μmであった。

[0115] 次に、上記超硬合金に対して、CVD法により各種の被覆層を表2に示す構成の多層膜からなる被覆層を成膜した。なお、表2の各層の成膜条件は表1に示した。表1中、TiCN5は、反応ガス中の CH_3CN ガスの割合V_Aを1.1体積%から1.8体積%まで連続的に変化させて成膜した。そして、被覆層の表面をすくい面側から30秒間ブライシ加工して試料No. I-1~9の表面被覆切削工具を作製した。

[0116] 得られた工具について、工具の逃げ面において下記条件でスクラッチ試験を行い、引っ掻き痕を観察して層間剥離状態および被覆層が基体から剥離し始める荷重を確認したところ、被覆層の層間剥離における上部層は酸化アルミニウム(Al_2O_3)層、被覆層が基体から剥離し始めるときの下部層は炭窒化チタン(TiCN)層と特定でき、各層の付着力を算出した。

[0117] 装置:ナノテック社製CSEM-REVETEST

圧子:円錐形ダイヤモンド圧子(東京ダイヤモンド工具製作所社製ダイヤモンド接触

子:N2-1487)

測定条件は前述のとおりである。

[0118] また、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて表2に記載する被覆層が観察できるよう研磨加工して、各層の表面方向からみた組織状態を観察し、炭窒化チタン粒子の表面方向における組織を特定するとともに平均アスペクト比を測定した。さらに、被覆層の断面を含む任意破断面5ヶ所について走査型電子顕微鏡(SEM)写真を撮り、各写真において炭窒化チタン粒子の組織状態を観察し、断面方向における平均アスペクト比、および炭窒化チタン粒子の平均結晶幅wを測定した。このとき、炭窒化チタン層を多層構造とした試料については、下部層については、総膜厚に対して基体側から $1 \mu m$ の高さ位置、上部層については、表面側から $0.5 \mu m$ の高さ位置にそれぞれ図1に示すような線Aおよび線Bを引いて、それぞれの線分上を横切る粒界数を測定して炭窒化チタン粒子の結晶幅に換算した値を算出し、写真5ヶ所についてそれぞれ算出した結晶幅の平均値を平均結晶幅として算出した。

[0119] [表1]

被覆層	混合ガス組成(体積%)	V_A (体積%)	V_A/V_H	温度(°C)	圧力(kPa)
下地層(TIN)	TiCl ₄ :0.5, N ₂ :33, H ₂ :残	-	-	900	16
TiCN1<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN, H ₂ :残	1.1	0.020	865	9
TiCN2<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN, H ₂ :残	1.5	0.028	865	9
TiCN3<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN, H ₂ :残	1.8	0.033	865	9
TiCN4<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :25, CH ₃ CN, H ₂ :残	2.2	0.031	1015	20
TiCN5<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN, H ₂ :残 →1.8	1.1 →0.020	0.020 →0.033	865	9
TiCN<p>	TiCl ₄ :0.8, N ₂ :25, CH ₄ :7, H ₂ :残	-	-	1020	30
TiCNO	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, CO ₂ :0.01, H ₂ :残	-	-	1010	10
TiCO	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, CO ₂ :0.02, H ₂ :残	-	-	1010	10
TiNO	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, H ₂ :残	-	-	1010	10
$\alpha - Al_2O_3$	AlCl ₃ :15, HCl:2, CO ₂ :4, H ₂ S:0.01, H ₂ :残	-	-	1005	6
$\kappa - Al_2O_3$	AlCl ₃ :15, HCl:2, CO ₂ :4, H ₂ S:0.01, H ₂ :残	-	-	1005	6
表層(TIN)	TiCl ₄ :0.5, N ₂ :44, H ₂ :残	-	-	1010	80

TiCN<c>、TiCN<p>はそれぞれ柱状TiCN、粒状TiCNを示す。

V_A は反応ガス中のアセトニトリルの割合を示す。

V_A/V_H は水素ガスの割合 V_H とアセトニトリルガスの割合 V_A の比を示す。

[表2]

被覆層	混合ガス組成(体積%)	V_A (体積%)	V_A/V_H	温度 (°C)	圧力 (kPa)
下地層(TiN) TiCl ₄ :0.5, N ₂ :33, H ₂ 残	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	1.1	0.020	865	9
TiCN1<c> TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	1.5	0.028	865	9
TiCN2<c> TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	1.8	0.033	865	9
TiCN3<c> TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	2.2	0.031	1015	20
TiCN4<c> TiCl ₄ :1.0, N ₂ :25, CH ₃ CN,H ₂ 残	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :43, CH ₃ CN,H ₂ 残	1.1 →1.8	0.020 →0.033	865	9
TiCN5<c> TiCl ₄ :0.8, N ₂ :25, CH ₄ :7, H ₂ 残	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, CO ₂ :0.01, H ₂ 残	-	-	1020	30
TiCN<p> TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, CO ₂ :0.01, H ₂ 残	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, CO ₂ :0.01, H ₂ 残	-	-	1010	10
TiCO	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, CO ₂ :0.02, H ₂ 残	-	-	1010	10
TiNO	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, H ₂ 残	-	-	1010	10
$\alpha - Al_2O_3$	AlCl ₃ :15, HCl:2, CO ₂ :4, H ₂ S:0.01, H ₂ 残	-	-	1005	6
$\kappa - Al_2O_3$	AlCl ₃ :15, HCl:2, CO ₂ :4, H ₂ S:0.01, H ₂ 残	-	-	1005	6
表層(TiN)	TiCl ₄ :0.5, N ₂ :44, H ₂ 残	-	-	1010	80

TiCN<c>、TiCN<p>はそれぞれ柱状TiCN、粒状TiCNを示す。
 V_A は反応ガス中のアセトニトリルの割合を示す。
 V_A/V_H は水素ガスの割合 V_H とアセトニトリルガスの割合 V_A との比を示す。

[0120] 得られた切削工具を用いて下記の条件により、連続切削試験および断続切削試験を行い、耐摩耗性および耐欠損性を評価した。結果を表3に示した。

(連続切削条件)

被削材：ダクタイル鑄鉄4本溝付スリーブ材(FCD700)

工具形状:CNMA120412

切削速度:250m／分

送り速度:0.3mm／rev

切り込み:2mm

切削時間:20分

その他：水溶性切削液使用

評価項目：顕微鏡にて切刃を観察し、フランク摩耗量・先端摩耗量を測定

(断続切削条件)

被削材：ダクトイル鉄4本溝付スリーブ材(FCD700)

工具形状：CNMA120412

切削速度：250m／分

送り速度：0.3～0.5mm／rev

切り込み：2mm

その他：水溶性切削液使用

評価項目：欠損に至る衝撃回数

衝撃回数1000回時点で顕微鏡にて切刃の被覆層の剥離状態を観察

[0121] [表3]

試料No.	下地層	被覆層			冷却速度 (°C/分)	F_L/F_U	断面方向観察		表面方向観察 アスペクト比 TICN粒子
		1層目	2層目	3層目			TICN層	Al ₂ O ₃ 層	
I-1	TiN (0.5) ↑	TiCN<c> (3.0)[0.3] ↑	TiCN<c> (3.0)[1.0] 140NF _U	- TiN (0.5) ↑	TiCN<c> (0.5) TiN (0.8)[1.0]	TiCN (0.5) TiCN4<c> (1)	α -Al ₂ O ₃ (2.0) 45NF _U	TiN (0.2) 5N	20 3.1 筋状 13 針状 5
I-2	TiN (0.6) ↑	TiCN<c> (3.0)[0.3] ↑	TiCN<c> (0.5) 150NF _U	TiCN<c> (0.5) TiCN4<c> (0.8)[1.0] 80NF _U	TiCN<c> (0.3) TiCN<c> (0.1)	α -Al ₂ O ₃ (4.0) 70NF _U	TiCN (0.5) TiCN4<c> (1)	TiN (0.5) 5N	20 1.14 筋状 10 筋状 6
I-3	TiN (1) ↑	TiCN<c> (3.0)[0.3] ↑	TiCN<c> (2.0)[0.9] 150NF _U	TiCN<c> (0.5)[-] TiCN<c> (0.5)[0.5] ↑	TiNO (0.3) TiCN3<c> (0.1)	α , κ -Al ₂ O ₃ (2.0) 10NF _U	TiNO (0.1) 10NF _U	TiN (1) 5N	15 15.0 筋状 14 針状 6
I-4	TiN (0.6) ↑	TiCN<c> (4.0)[0.3] ↑	TiCN<c> (3.0)[0.5] TiCN3<c> (4.0)[0.9] 80NF _U	TiCN<c> (0.5)[0.8] TiCN3<c> (3.0)[0.8] 150NF _U	TiNO (0.3) TiNO (0.1)	α , κ -Al ₂ O ₃ (5.0) 35NF _U	TiNO (0.1) 25NF _U	TiN (0.5) 5N	25 2.3 筋状 8 針状 3
I-5	TiN (4.0)[0.3] ↑	TiCN<c> (3.0)[0.8] ↑	TiCN<c> (4.0)[0.9] 65NF _U	TiCN<c> (3.0)[0.8] 150NF _U	TiNO (0.3) TiNO (1.5)	κ -Al ₂ O ₃ (2.0) 25NF _U	TiNO (1) 15	TiN (1) 5N	6.0 筋状 7 針状 5
I-6	TiN (1.0)[0.3] ↑	TiCN<c> (4.0)[0.9] ↑	TiCN<c> (2.0)[1.0] 65NF _U	TiCN<c> (3.0)[0.8] 150NF _U	TiCO (1) TiCN4<c> (1)	α -Al ₂ O ₃ (4.0) 50NF _U	TiNO (0.5) 5N	TiN (0.5) 5N	25 1.3 筋状 8 針状 4
I-7	TiN (0.6) ↑	TiCN<c> (0.3)[0.8] ↑	TiCN<c> (3.0)[0.8] 33NF _U	TiCN<c> (3.0)[0.8] 145NF _U	TiNO (1.5) TiNO (0.5)	α -Al ₂ O ₃ (5.0) 80NF _L , F _U	TiNO (0.5) 32NF _U	TiN (0.5) 5N	10 1.0 筋状 3 等方状 1.2
I-8	TiN (0.6) ↑	TiCN<c> (0.3)[0.8] ↑	TiCN2<c> (3.0)[0.4] 33NF _U	- TiCN<c> (7.0)[0.3] 100NF _U	TiNO (0.5) -	α -Al ₂ O ₃ (3.0) 32NF _U	TiNO (0.2) 3N _U	TiN (0.2) 5N	20 1.03 筋状 6 等方状 1.5
I-9	TiN (0.6) ↑	TiCN<c> (6.0)[0.5] 145NF _U	- TiCN<c> (6.0)[0.5] 145NF _U	- -	- -	κ -Al ₂ O ₃ (7.0) 40	TiNO (0.2) 3N _U	TiN (0.2) 3N _U	33.0 20 筋状 20 針状 8
I-10	TiN (0.6) ↑	TiCN<c> (6.0)[0.5] 145NF _U	- -	TiNO (0.1)	α -Al ₂ O ₃ (10.0) 5NF _U	TiNO (0.2) 5NF _U	TiNO (0.2) 3NF _U	TiN (0.2) 3NF _U	29.0 10 筋状 10 針状 4

*()は層厚み、[]は平均結晶幅を示す。単位は μm である。
TICN<c>、TiCN<p>はそれぞれ柱状TiCN、粒状TiCNを示す。
被覆層の各層の下欄は各層の剥離荷重(N)を示す。一の表記はその上の層とともに剥離したことを意味する。

[0122] 表1～3より、 F_L/F_U が1. 1より小さい試料No. I-7およびI-8では、チッピングが発生して耐欠損性に劣るものであった。さらに F_L/F_U が30を超える試料No. I-9ではAl₂O₃層が早期に剥離してしまい、摩耗の進行が速いものであった。これに対して、本発明に従い、 F_L/F_U が1. 1～30の範囲内に制御されたNo. I-1～6、10ではいずれも被覆層の剥離が発生せず、特に、 F_L/F_U が1. 2～10の範囲内に制御され

たNo. I-1、4~6では断続切削試験において衝撃に耐えうる衝撃回数がさらに向上し、さらには、 F_L / F_U が1.5~5の範囲内に制御されたNo. I-1、4では、連続切削においても断続切削においても長寿命であり、耐欠損性および耐チッピング性とも優れた切削性能を有するものであった。

[0123] [実施例II]

平均粒径0.3 μmのWC粒子を主とする超微粒超硬合金基体に対して、イオンプレーティング法にて下部層:TiAlCrN層(膜厚2 μm)、上部層MoS₂層(膜厚1 μm)の2層からなる被覆層を成膜した。ついで、実施例Iと同様にしてスクラッチ強度を評価した結果、 F_U (上部層)=30N、 F_L (下部層)=80N、 F_L / F_U =2.7であった。この構成からなる内径加工用のスローアウェイチップを作製して切削したところ耐摩耗・耐欠損とも優れた実用的なものであることがわかった。

[0124] [実施例III]

合金鋼からなる基体に対して、イオンプレーティング法にて、1層目:炭窒化チタン(TiCN)層(膜厚1 μm)、2層目:TiAlN層(膜厚2 μm)、3層目:CrN層(膜厚0.5 μm)の3層からなる被覆層を成膜した。ついで、実施例Iと同様にしてスクラッチ強度を評価した結果、 F_U (上部層:TiAlN層)=40N、 F_L (下部層:TiCN層)=60N、 F_L / F_U =1.3であった。この構成からなる金型を作製して成形試験を行ったところ耐摩耗・耐欠損とも優れた実用的なものであることがわかった。

[0125] [実施例IV]

実施例Iと同様にして超硬合金を作製し、作製した超硬合金にブラシ加工にて刃先処理(ホーニングR)を施した。そして、前記超硬合金に対して、CVD法により各種の硬質被覆層を表4に示す条件で表5に示す構成の多層膜からなる硬質被覆層を成膜した試料No. IV-1~7の表面被覆切削工具を作製した。

なお、表5中の試料No. IV-7は、表4の炭窒化チタン(TiCN)層5の条件、すなわち、混合ガス中のアセトニトリル(CH₃CN)ガスの割合を連続的に増加させて炭窒化チタン層を傾斜組織としたものである。

[0126] [表4]

被覆層	混合ガス組成(体積%)	混合ガス中のCH ₃ CN ガスの割合(体積%)	成膜温度(°C)	圧力(kPa)
最下層TiN	TiCl ₄ :0.5, N ₂ :33, H ₂ :残	-	900	16
TiCN1<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :40, H ₂ :残	1.1	825	9
TiCN2<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :40, H ₂ :残	1.5	840	9
TiCN3<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :40, H ₂ :残	1.8	865	15
TiCN4<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :40, H ₂ :残	1.7	900	15
TiCN5<c>	TiCl ₄ :1.0, N ₂ :40, H ₂ :残	1.1→1.8 (連続的に増加)	825～900 (連続的に昇温)	9
TiCNO	TiCl ₄ :0.7, CH ₄ :4, N ₂ :5, CO ₂ :0.01, H ₂ :残	-	1010	10
α -Al ₂ O ₃	AlCl ₃ :15, HCl:2, CO ₂ :4, H ₂ S:0.01, H ₂ :残	-	1005	6
最上層TiN	TiCl ₄ :0.5, N ₂ :44, H ₂ :残	-	1010	80

[0127] 得られた工具について、硬質被覆層の断面を含む任意破断面または研磨面5カ所について走査型電子顕微鏡(SEM)写真を撮り、各写真において炭窒化チタン層の組織を観察した。このとき、炭窒化チタン層の総膜厚に対して基体側から総膜厚の1/5の高さ位置と酸化アルミニウム層(表面)側から総膜厚の1/5の高さ位置にそれぞれ図4に示すような線Cおよび線Dを引いて、それぞれの線分上を横切る粒界数を

測定して炭窒化チタン結晶の結晶幅に換算した値を算出し、写真5ヶ所についてそれぞれ算出した結晶幅の平均値を平均結晶幅(w_3, w_4)として算出した。

- [0128] 上記金属顕微鏡写真またはSEM写真にて炭窒化チタン層が単層か多層かを確認し、多層である場合には、上部炭窒化チタン層と上部炭窒化チタン層との膜厚 t_4, t_3 を測定し、関係式 t_3/t_4 の値を計算した。なお、炭窒化チタン層の観察において層境界が明確でない場合には、上記破断面を研磨して鏡面状態とし、さらにアルカリ赤血塩溶液[村上氏試薬:10%KOH+10% $K_3Fe(CN)_6$]によるエッチング処理を施した状態とし、これを金属顕微鏡またはSEMにて観察して多層か否かを判定した。結果は表5に示した。
- [0129] また、上記表面被覆切削工具の硬質被覆層のクラック状態を、下記条件で行ったカロテスト試験によって生じた摩耗痕を金属顕微鏡またはSEMにて観察し、カロテスト摩耗痕で観察される炭窒化チタン層の下部組織と上部組織におけるクラックの間隔x、yをそれぞれ測定した。
- [0130] 装置:ナノテック社製CSEM-CALOTEST
鋼球:
直径30mm球形鋼玉
ダイヤモンドペースト 1/4MICRON
摩耗痕中に露出する基体の直径が摩耗痕全体の直径に対して0.1~0.6倍(今回の測定では0.3~0.7mm)となるように摩耗させた状態でクラックを観察した。なお、前記クラックの間隔については、下部組織と上部組織中に長さ $200\mu m$ の任意直線をそれぞれ5本引いて、その直線とクラックの交点の数からクラック間隔x、y、およびその比 y/x の値を算出した。結果は表5に示した。
- [0131] なお、図3(a)は試料No. IV-2、図3(b)は試料No. IV-5についてのカロテスト摩耗痕観察写真である。この写真において、母材である基体2の外周に観察される炭窒化チタン層24の部分に任意の円cを描いて、円cの円周とクラックとが交わる交点pの数を見積もり、
クラック間隔=円cの円周長さ/交点pの数
にてクラック間隔を見積もった例であり、

試料No. IV-2

下部クラック間隔: $x = 1.82\text{mm} \div 4\text{箇所} = 0.4550\text{mm}$

上部クラック間隔: $y = 2.81\text{mm} \div 37\text{箇所} = 0.0759\text{mm}$

$$y/x = 0.167$$

試料No. IV-5

下部クラック間隔: $x = 1.82\text{mm} \div 28\text{箇所} = 0.0650\text{mm}$

上部クラック間隔: $y = 2.99\text{mm} \div 41\text{箇所} = 0.0729\text{mm}$

$$y/x = 1.122$$

と算出した。この試料を含め全ての試料についてのクラック間隔の算出結果は表5に示した。

[0132] さらに、硬質被覆層の付着力を、実施例1と同じ測定条件のスクラッチ試験によって測定した。結果は表5に示した。

[0133] [表5]

試料No	最下層 TiCN層	TiCN層		Al ₂ O ₃ 層厚 (μ m)	冷却速度 °C/分	クラック間隔		Al ₂ O ₃ 層の 付着力(N)		
		下部TiCN層	上部TiCN層			x(μ m)	y(μ m)			
IV-1	TiN (0.5)	TiCN1<c> (5.0)[0.3]	TiCN2<c> (2.0)[0.6]	TiNO (0.5)	2.5	29	111	53	0.48	44
IV-2	TiN (0.6)	TiCN1<c> (6.0)[0.3]	TiCN4<c> (1.5)[1.0]	TiCN0 (0.5)	2	24	455	76	0.17	48
IV-3	TiN (0.7)	TiCN1<c> (4.0)[0.3]	TiCN3<c> (2.0)[0.8]	TiCN0 (0.5)	2.5	21	>500	47	0	41
IV-4	TiN (0.6)	TiCN1<c> (6.0)[0.3]	TiCN5<c> (4.0)[1.5]	TiCO (0.5)	3	12	166	100	0.60	46
* IV-5	TiN (0.6)	TiCN5<c> (4.0)[0.3]	TiCN5<c> (4.0)[2.0]	TiCN0 (0.5)	3.5	8	65	73	1.12	20
* IV-6	TiN (0.4)	TiCN2<c> (6.0)[0.6]	TiCN2<c> (3.0)[0.5]	TiCN0 (0.5)	4	32	103	120	1.17	33
* IV-7	TiN (0.4)	TiCN5<c> (8.5)[0.3~1.5]	TiNO (0.5)	TiNO (0.5)	3	22	71	77	1.08	42

*印は本発明の範囲外の試料を示す。
()は層厚み、[]は平均結晶幅を示す。単位は μ mである。
TiCN<c>柱状TiCNを示す。
クラック間隔が500 μ mを超えて大きなものは全て「>500」と表記する。

[0134] そして、この切削工具を用いて下記の条件により、連続切削試験および断続切削試験を行い、耐摩耗性および耐欠損性を評価した。その結果を表6に示す。
(連続切削試験)

実施例1の連続切削試験の切削条件において、送り速度を0.4mm/revに変更

して試験を行った。

(断続試験)

実施例1の断続切削試験の切削条件において、切削速度を200m／分に変更して試験を行った。

[0135] [表6]

試料No.	耐摩耗試験：摩耗量(mm)		耐欠損試験 欠損した衝撃回数 (回)	硬質層の状態
	フランク摩耗	先端摩耗		
IV-1	0.14	0.12	4500	異常なし
IV-2	0.18	0.15	5800	異常なし
IV-3	0.16	0.16	6000	異常なし
IV-4	0.18	0.20	5000	異常なし
*IV-5	0.32	0.29	1100	微小チッピング
*IV-6	0.25	0.32	2500	チッピング
*IV-7	0.24	0.21	3000	微小チッピング

*印は本発明の範囲外の試料を示す。

[0136] 表4～6より、炭窒化チタン層単層からなり炭窒化チタン層全体にクラックが均一細かく存在する試料No. IV-5では、切刃部の硬質被覆層に切削初期からチッピングが発生し、また、このチッピングが要因となって早期に欠損した。さらに、微細な粒径となる同じ条件の炭窒化チタン層を2層成膜した試料No. IV-6でも、カロテストの摩耗痕観察において平均クラック間隔が全体的に一樣で、やはりチッピングが発生して

2500個加工した時点で欠損した。また、炭窒化チタン層を傾斜組成とした試料No. IV-7では、下部組織の平均クラック間隔が上部組織の平均クラック間隔よりも狭くなってしまい、炭窒化チタン層の強度が十分ではなく、微小チッピングが発生し、その結果、耐欠損性も低下してしまった。

[0137] これに対して、本発明に従い、炭窒化チタン層の基体側の下部組織(下部炭窒化チタン層)の平均クラック間隔よりも、酸化アルミニウム層側の上部組織(上部炭窒化チタン層)の平均クラック間隔が狭い状態にした構成であるNo. IV-1~4では、いずれも硬質被覆層の剥離が発生せず、連続切削においても断続切削においても長寿命であり、耐欠損性および耐チッピング性とも優れた切削性能を有するものであった。特に、炭窒化チタン層を多層とした試料No. IV-1~4、中でも下部炭窒化チタン層の平均クラック間隔が $500 \mu\text{m}$ 以上と広くなっている、つまりクラックが観察されにくくなっている試料No. IV-3が最も耐摩耗性、耐欠損性ともに優れていた。

図面の簡単な説明

[0138] [図1]本発明の第一の実施形態にかかる表面被覆切削工具の破断面の一例についての走査型電子顕微鏡写真である。

[図2](a)は、本発明の第一の実施形態にかかる表面被覆部材の微細炭窒化チタン(TiCN)層に好適な組織を表面から観察した際の走査型電子顕微鏡写真であり、(b)は、この実施形態にかかる他の表面被覆部材の炭窒化チタン(TiCN)層(上部TiC N層として好適な組織)を表面から観察した際の走査型電子顕微鏡写真である。

[図3](a)は、本発明の第二の実施形態にかかる表面被覆切削工具をカロテストした摩耗痕を示す金属顕微鏡像であり、(b)は、比較例の表面被覆切削工具をカロテストした摩耗痕を示す金属顕微鏡像である。

[図4]図3(a)の表面被覆切削工具の破断面における表面被覆層領域についての走査型電子顕微鏡像である。

[図5]カロテストの試験方法を説明するための模式図である。

符号の説明

[0139] 1, 21…表面被覆切削工具(工具)

2…基体

- 3, 23…硬質被覆層
4…上部層(酸化アルミニウム層)
5…下部層(炭窒化チタン層)
5a…微細炭窒化チタン層
6…炭窒化チタン下層
7…炭窒化チタン上層
8…炭窒化チタン粒子
8a…微細炭窒化チタン粒子
8b…炭窒化チタン上層中の炭窒化チタン粒子
10…下地層
11…中間層
12…表層
24…炭窒化チタン層
25…クラック
27…摩耗痕
31…炭窒化チタン層の下部組織
32…炭窒化チタン層の上部組織
33…硬質球
34…支持棒
35…下部炭窒化チタン層
36…上部炭窒化チタン層
A…酸化アルミニウム層と炭窒化チタン層との界面より基体に向かって $0.5\mu m$ の位置を示す線
B…基体と炭窒化チタン層との界面より酸化アルミニウム層に向かって $1\mu m$ の位置を示す線
 h_1 …炭窒化チタン下層の平均結晶幅を測定する高さ位置
 h_2 …炭窒化チタン上層の平均結晶幅を測定する高さ位置
 w_1 …炭窒化チタン下層の平均結晶幅

w_2 …炭窒化チタン上層の平均結晶幅

t_1 …炭窒化チタン下層の膜厚

t_2 …炭窒化チタン上層の膜厚

c …平均クラック間隔を測定する際の円

p …円 c とクラックとの交点

x …炭窒化チタン層の下部組織(基体側)における平均クラック間隔

y …炭窒化チタン層の上部組織(酸化アルミニウム層側)における平均クラック間隔

w_3 …炭窒化チタン層の基体側の平均結晶幅

w_4 …炭窒化チタン層の酸化アルミニウム層側の平均結晶幅

t_3 …炭窒化チタン層の下部組織の膜厚

t_4 …炭窒化チタン層の上部組織の膜厚

請求の範囲

- [1] 基体と、該基体表面に形成された少なくとも一層からなる下部層と、該下部層表面に形成された少なくとも一層からなる上部層とを含み、
前記上部層が前記下部層の表面から剥離し始める剥離荷重を F_U 、前記下部層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を F_L としたとき、その比(F_L/F_U)が1.1～30である表面被覆部材。
- [2] 前記剥離荷重(F_U)が10～75Nであり、且つ前記剥離荷重(F_L)が80N以上である請求項1記載の表面被覆部材。
- [3] 凹凸形状から算術平均粗さ(Ra)の算出方法に準じて求められる前記上部層と前記下部層との界面における界面の粗さRが0.5～3.0μmである請求項1記載の表面被覆部材。
- [4] 前記上部層の膜厚が2.0～10.0μmで、前記下部層の膜厚が3.0～15.0μmである請求項1記載の表面被覆部材。
- [5] 前記上部層が少なくとも1層の酸化アルミニウム層を具備し、且つ前記下部層が少なくとも1層の炭窒化チタン層を具備する請求項1記載の表面被覆部材。
- [6] 前記炭窒化チタン層が、前記基体の表面に対して垂直な方向に成長した筋状炭窒化チタン結晶からなるとともに、該筋状炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層側の平均結晶幅が前記基体側の平均結晶幅より大きい請求項5記載の表面被覆部材。
。
- [7] 前記基体側の平均結晶幅 w_1 が0.05～0.7μmで、かつ該基体側の平均結晶幅 w_1 と前記筋状炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層側の平均結晶幅 w_2 との比(w_1/w_2)が0.7以下である請求項6記載の表面被覆部材。
- [8] 前記炭窒化チタン層は少なくとも前記酸化アルミニウム層側に形成された炭窒化チタン上層と前記基体側に形成された炭窒化チタン下層とからなり、且つ炭窒化チタン上層の平均結晶幅が炭窒化チタン下層の平均結晶幅より大きい請求項6記載の表面被覆部材。
- [9] 前記炭窒化チタン下層の膜厚 t_1 が1.0～10.0μm、前記炭窒化チタン上層の膜厚 t_2 が1.0～5.0μmであり、且つ $1 < t_1/t_2 \leq 5$ の関係を満たす請求項8記載の表

面被覆部材。

- [10] 前記炭窒化チタン下層を表面方向から見たとき、該炭窒化チタン下層が針状をなす炭窒化チタン粒子の集合体からなるとともに、該針状をなす炭窒化チタン粒子が前記炭窒化チタン下層の表面においてランダムな方向にそれぞれ伸びている請求項8記載の表面被覆部材。
- [11] 前記針状をなす炭窒化チタン粒子を前記炭窒化チタン下層の表面方向から観察した場合の平均アスペクト比が2以上である請求項10記載の表面被覆部材。
- [12] 前記針状をなす炭窒化チタン粒子を前記炭窒化チタン下層の表面方向から観察した場合の平均長軸長さが $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下である請求項10記載の表面被覆部材。
- [13] 前記上部層の最表面に形成された表面層、前記上部層の最下面に形成された中間層、および前記下部層のうち前記基体の表面に形成された下地層のうち少なくとも1つが、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層およびTiNO層からなる群より選ばれる1層以上の被覆層である請求項5記載の表面被覆部材。
- [14] 前記炭窒化チタン層と酸化アルミニウム層の少なくとも一方が2層以上からなり、該2層以上の各層間に、TiN層、TiC層、TiCNO層、TiCO層およびTiNO層からなる群より選ばれる1層以上を形成した請求項5記載の表面被覆部材。
- [15] 前記酸化アルミニウム層が α 型結晶構造を有する請求項5記載の表面被覆部材。
- [16] 基体と硬質被覆層とを具備し、硬質被覆層は、前記基体表面に形成された炭窒化チタン層と、該炭窒化チタン層の表面に形成された酸化アルミニウム層とを含み、前記硬質被覆層の表面にて硬質球をころがすように回自転させて前記表面被覆層の硬質球接触部分を局所的に摩耗させて、前記硬質被覆層の炭窒化チタン層および前記基体を露出するように前記硬質被覆層に球曲面の摩耗痕を形成してなり、該摩耗痕の露出した基体の外周位置に観察される前記炭窒化チタン層において、クラックが存在しないか、あるいは粗に存在する下部組織と、該下部組織の外周位置に観察されて前記下部組織よりもクラックが密に存在する上部組織とが存在する表面被覆部材。
- [17] 基体と、硬質被覆層とを具備し、硬質被覆層は少なくとも、前記基体表面に形成された炭窒化チタン層と、この炭窒化チタン層の表面に形成された酸化アルミニウム層

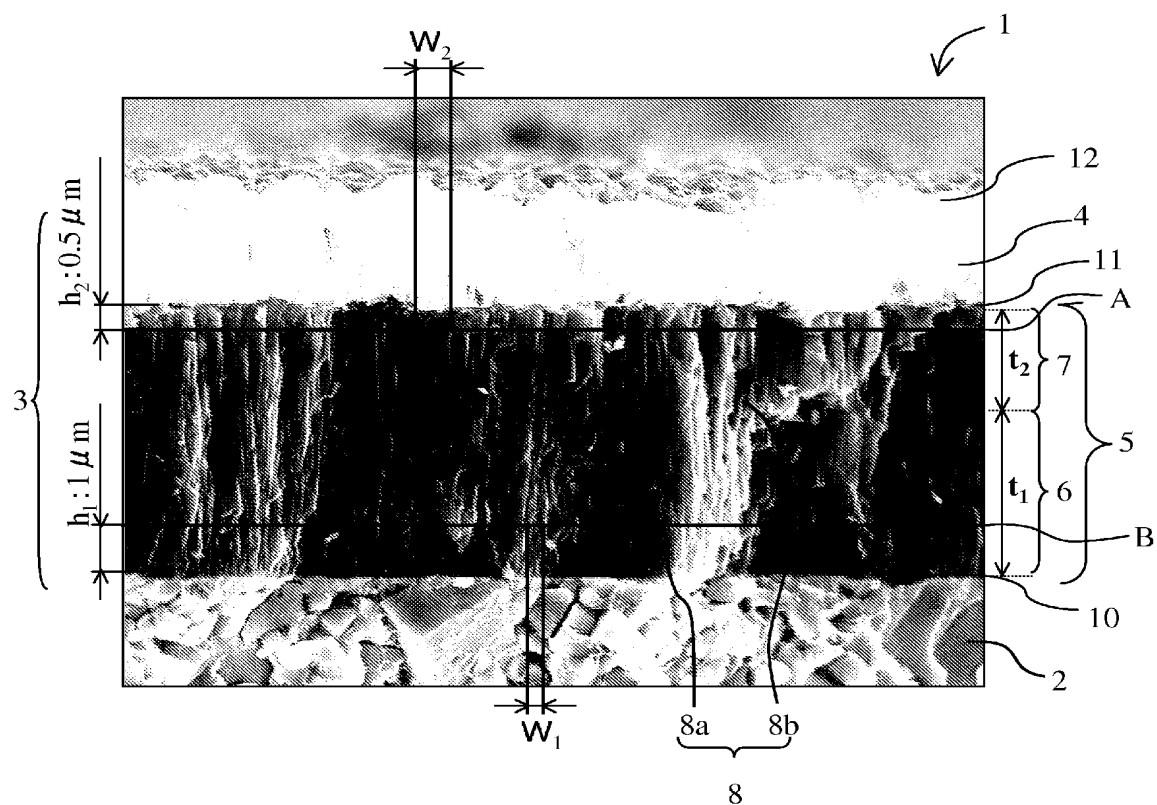
とを含み、

前記炭窒化チタン層が、請求項16に記載の摩耗痕の露出した基体の外周位置を観察した際に、クラックが存在しないか、あるいは粗に存在する下部炭窒化チタン層と、該下部炭窒化チタン層の周囲に観察されて前記下部炭窒化チタン層よりもクラックが密に存在する上部炭窒化チタン層とを含む複数層からなる表面被覆部材。

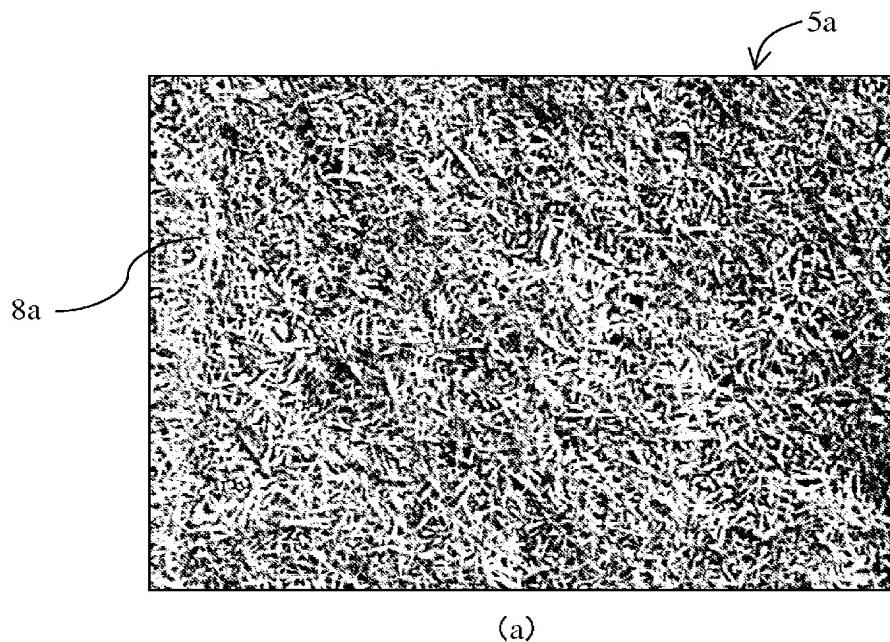
- [18] 前記下部炭窒化チタン層の膜厚 t_3 が $1\ \mu m \leq t_3 \leq 10\ \mu m$ 、前記上部炭窒化チタン層の膜厚 t_4 が $0.5\ \mu m \leq t_4 \leq 5\ \mu m$ で、且つ $1 < t_3 / t_4 \leq 5$ の関係を満たす請求項17記載の表面被覆部材。
- [19] 前記下部炭窒化チタン層および前記上部炭窒化チタン層中の炭窒化チタン粒子が前記基体表面に対して垂直に伸びる筋状組織からなるとともに、前記上部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅が前記下部炭窒化チタン層をなす炭窒化チタン粒子の平均結晶幅より大きい請求項17記載の表面被覆部材。
- [20] 前記上部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_4 が $0.2 \sim 1.5\ \mu m$ であり、且つ前記下部炭窒化チタン層における平均結晶幅 w_3 と前記上部炭窒化チタン層の平均結晶幅 w_4 との比 (w_3 / w_4) が0.7以下である請求項19記載の表面被覆部材。
- [21] 前記下部炭窒化チタン層および前記上部炭窒化チタン層を $Ti(C_{1-m}N_m)$ と表したとき、前記下部炭窒化チタン層におけるmが $0.55 \sim 0.80$ 、前記上部炭窒化チタン層におけるmが $0.40 \sim 0.55$ の組成からなる請求項17記載の表面被覆部材。
- [22] すくい面と逃げ面との交差稜線部に形成された切刃を被切削物に当てて切削加工するための切削工具であって、前記切刃が請求項1記載の表面被覆部材からなる切削工具。
- [23] 基体と、該基体の表面に形成された炭窒化チタン層と、該炭窒化チタン層の表面に形成された酸化アルミニウム層とを含み、前記酸化アルミニウム層が前記炭窒化チタン層の表面から剥離し始める剥離荷重を F_U 、前記炭窒化チタン層が前記基体の表面から剥離し始める剥離荷重を F_L としたとき、前記剥離荷重 F_U が $10 \sim 75N$ 、前記剥離荷重 F_L が $80N$ 以上で、かつその比 (F_L / F_U) が $1.1 \sim 30$ である切削工具。
- [24] すくい面と逃げ面との交差稜線部に形成された切刃を被切削物に当てて切削加工するための切削工具であって、前記切刃が請求項16または17記載の表面被

覆部材からなる切削工具。

[図1]



[図2]

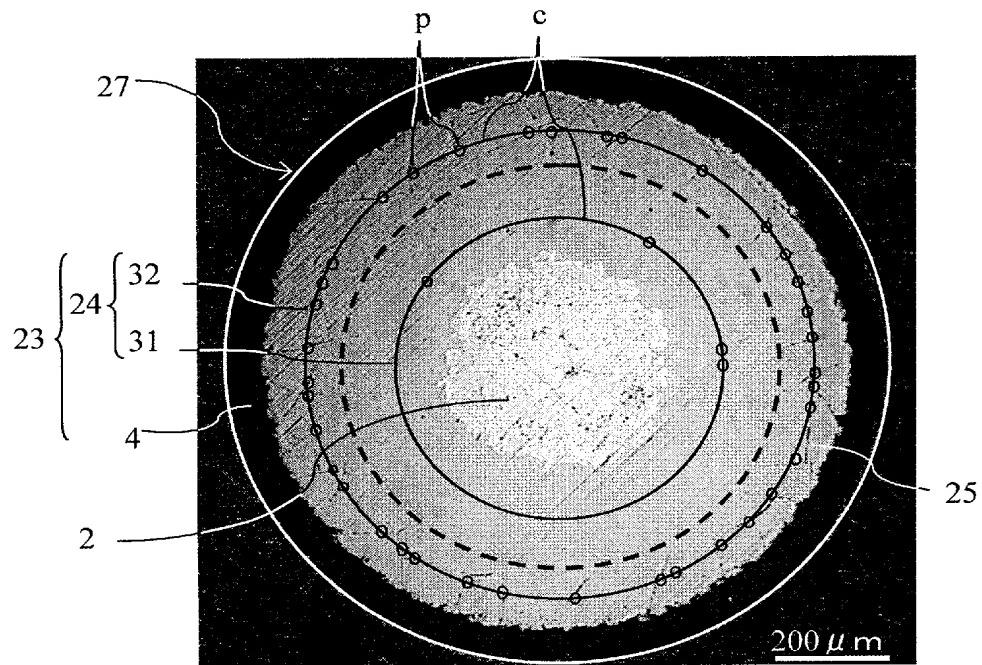


(a)

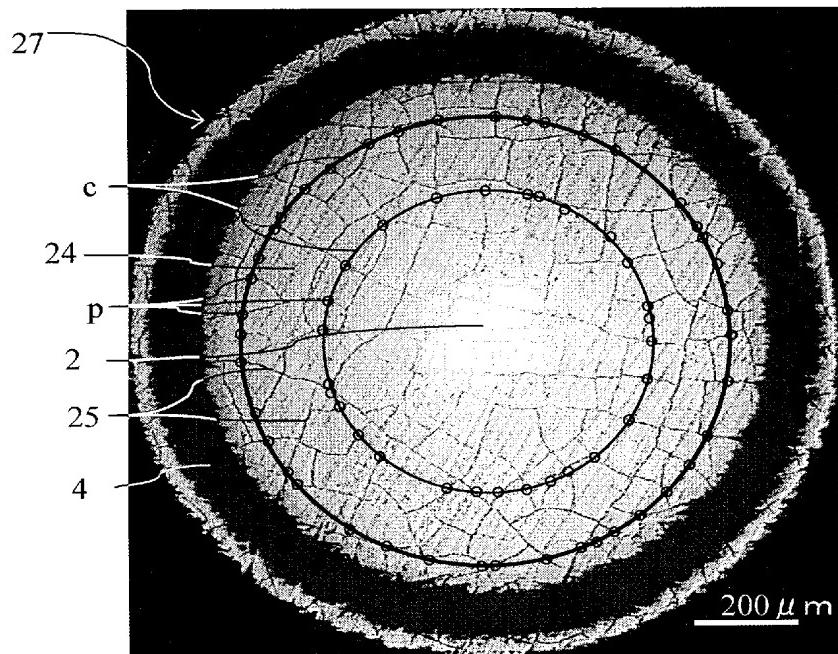


(b)

[図3]

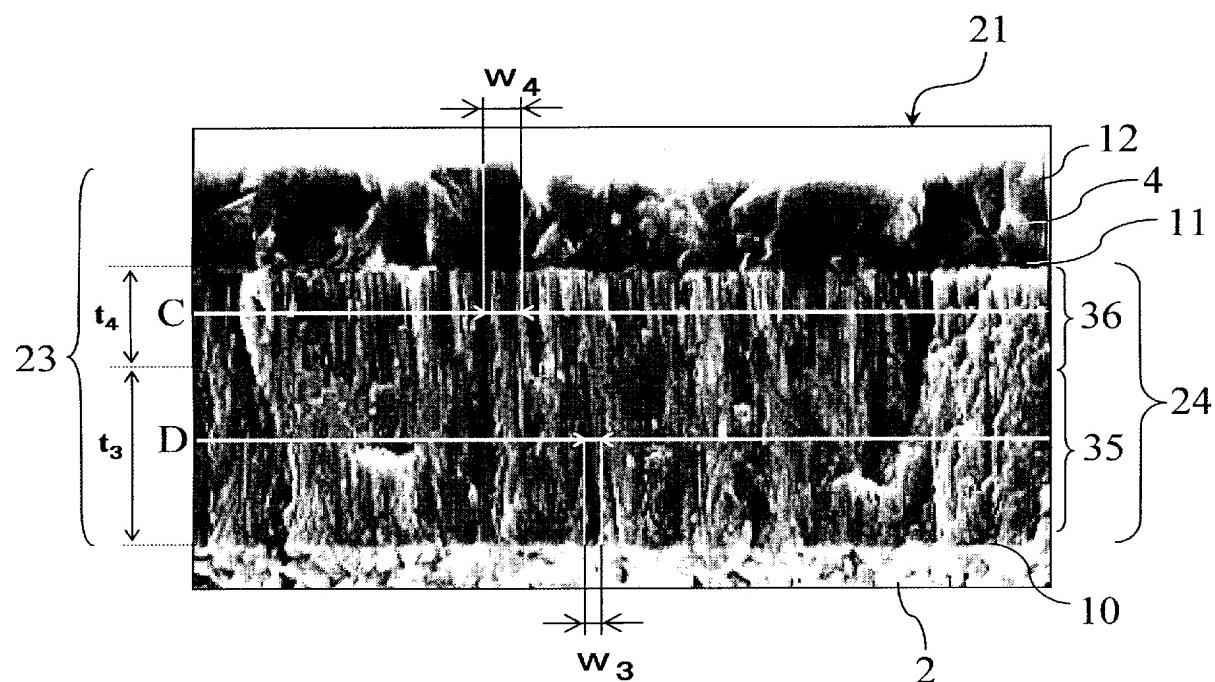


(a)

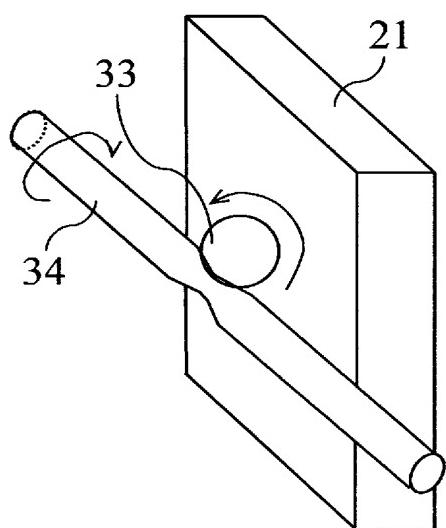


(b)

[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/005966

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ B32B9/00, B23B27/14, 51/00, B23C5/16, C23C16/32, 28/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B32B9/00, B23B27/14, 51/00, B23C5/16, C23C16/32, 28/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2001-341007 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 11 December, 2001 (11.12.01), Claims; Par. Nos. [0003] to [0005] (Family: none)	1-5, 13-15, 22-23
A	JP 11-335870 A (Hitachi Metals, Ltd.), 07 December, 1999 (07.12.99), Claims; Par. Nos. [0003], [0009], [0016] (Family: none)	6-12, 16-21, 24
X	JP 7-328810 A (Mitsubishi Materials Corp.), 19 December, 1995 (19.12.95), Claims & EP 685572 A2 & US 5920760 A	1-5, 13-15, 22-23
A		6-12, 16-21, 24
		1-24

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T"	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y"	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&"	document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 July, 2005 (07.07.05)

Date of mailing of the international search report
26 July, 2005 (26.07.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No. PCT/JP2005/005966
--

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-277006 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 09 October, 2001 (09.10.01), Claims (Family: none)	1-24

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/005966

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically: Claims

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The inventions of Claims 1-5, 13-15, 22-23 are such that the ratio of the peel load at which the upper layer starts to peel off the surface of the lower layer to the peel load at which the lower layer starts to peel off the surface of the base body is in a definite range.

The inventions of Claims 6-12 have a layer consisting of streaky titanium carbonitride crystals grown in a direction normal to the surface of the base body, and an aluminum oxide layer formed on the first-mentioned layer, the average crystal width on the aluminum oxide side of the titanium carbonitride crystals being greater than that on the base body side.
(continued to extra sheet.)

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
 No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/005966

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet (2)

Further, the inventions of Claims 16-21 have a titanium carbonitride layer on the base body, and an aluminum oxide layer thereon, wherein hard balls are rotated for rolling on the aluminum oxide layer to locally wear the latter to enable the titanium carbonitride layer to be observed in outer peripheral positions on the base body through the traces of wear; in such titanium carbonitride layer, there are a lower structure with cracks absent or sparsely present, and an upper structure with cracks densely present.

As for the inventions of Claims 1-5, 13-24, no search has been made except for the matters that are concretely disclosed as embodiments in the detailed description of the invention, for the following reasons.

The inventions of Claims 1-5, 13-15, 22-23 specify an invention of product by defining the relation between the peel strength between specific layers and the peel strength between other specific layers. However, it is not clear what product except the embodiments concretely described in the detailed description of the invention falls within the scope of the inventions as claimed in Claims 1-5, 13-15, 22, 23. Therefore, the inventions are obscure.

The inventions of Claims 1-5, 13-15, 22-23 include a wide range of coating members by specifying an invention of product by said parameter definition. However, described in the detailed description of the invention are only some concrete examples in which the results of measurement of what has been obtained just fall within said defined range. Therefore, the inventions of Claims 1-5, 13-15, 22-23 are not fully supported by the detailed description of the invention.

The inventions of Claims 16-21 and 24 specify an invention of product by defining a structure state observed after a special treatment has been given. However, a concrete product having a structure which brings about such special results cannot be through of. Thus, the inventions are obscure.

The inventions of Claims 16-21 and 24 include a wide range of coating members by specifying an invention of product by said special definition. However, described in the detailed description of the invention are only some concrete examples in which the results of measurement of what has been obtained just fall within said defined range. Therefore, the inventions of Claims 16-21 and 24 are not fully supported by the detailed description of the invention.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl.⁷ B32B9/00, B23B27/14, 51/00, B23C5/16, C23C16/32, 28/04

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））

Int.Cl.⁷ B32B9/00, B23B27/14, 51/00, B23C5/16, C23C16/32, 28/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2001-341007 A(住友電気工業株式会社)2001.12.11, 特許請求の範囲, 【0003】 - 【0005】(ファミリーなし)	1-5, 13-15, 22-23
A		6-12, 16-21, 24
X	JP 11-335870 A(日立金属株式会社)1999.12.07, 特許請求の範囲, 【0003】, 【0009】, 【0016】(ファミリーなし)	1-5, 13-15, 22-23
A		6-12, 16-21, 24

 C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

07.07.2005

国際調査報告の発送日 26.7.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

4 S 9537

深草 祐一

電話番号 03-3581-1101 内線 3474

C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 7-328810 A(三菱マテリアル株式会社)1995.12.19, 特許請求の範囲 & EP 685572 A2 & US 5920760 A	1-24
A	JP 2001-277006 A(住友電気工業株式会社)2001.10.09, 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-24

第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第1ページの2の続き）

法第8条第3項（PCT17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. 請求の範囲_____は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. 請求の範囲_____は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. 請求の範囲_____は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見（第1ページの3の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求の範囲1-5, 13-15, 22-23に係る発明は、上部層が下部層の表面から剥離し始める剥離荷重と下部層が基体の表面から剥離し始める剥離荷重との比が一定範囲内であるものである。

請求の範囲6-12に係る発明は、基体の表面に対して垂直な方向に成長した筋状炭窒化チタン結晶からなる層とその上の酸化アルミニウム層とを有し、炭窒化チタン結晶の酸化アルミニウム層側の平均結晶幅が基体側の平均結晶幅より大きいものである。

また、請求の範囲16-21に係る発明は、基体上の炭窒化チタン層とその上の酸化アルミニウム層とを有し、硬質球を転がすように回転させて局所的に摩耗させた摩耗痕の露出した基体の外周位置に観察される炭窒化チタン層において、クラックが存在しないかあるいは粗に存在する下部組織と、クラックが密に存在する上部組織とが存在するものである。

1. 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。

請求の範囲 1-5, 13-24 に係る発明については、以下の理由により、発明の詳細な説明に実施例として具体的に開示された物以外については調査を行っていない。

請求の範囲 1-5, 13-15, 22-23 に係る発明は、特定の層間の剥離強度と他の特定の層間の剥離強度との関係を規定することによって物の発明を特定しようとするものである。しかし、発明の詳細な説明に具体的に記載された実施例以外のどのような物が請求の範囲 1-5, 13-15, 22, 23 に係る発明の範囲に入る物であるのか不明であり、発明が不明確である。

請求の範囲 1-5, 13-15, 22-23 に係る発明は、上記パラメーター限定で物の発明を特定することにより広範な範囲の被覆部材を包含するものであるのに対し、発明の詳細な説明には、得られたものについて測定した結果がちょうど上記規定の範囲内となるいくつかの具体例が記載されているのみであり、請求項 1-5, 13-15, 22-23 に係る発明は、発明の詳細な説明による十分な裏付けがされていない。

請求の範囲 16-21 及び 24 に係る発明は、特殊な加工を行った後に観察される組織状態を規定することによって物の発明を特定しようとするものである。しかし、発明の詳細な説明に記載された実施例以外に、そのような特殊な条件下で特定の結果をもたらす組織を有する具体的な物を想定できないため、発明が不明確である。

請求の範囲 16-21 及び 24 に係る発明は、上記特殊な規定で物の発明を特定することにより広範な範囲の被覆部材を包含するものであるのに対し、発明の詳細な説明には、得られたものについて測定した結果がちょうど上記規定の範囲内となるいくつかの具体例が記載されているのみであり、請求項 16-21 及び 24 に係る発明は、発明の詳細な説明による十分な裏付けがされていない。